

Materialintegration von Halbleitern mit magnetischen Werkstoffen

D I S S E R T A T I O N

zur Erlangung des akademischen Grades
doctor rerum naturalium
(dr. rer. nat.)
im Fach Physik

eingereicht an der
Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät I
Humboldt-Universität zu Berlin

von
MPhil. Phys. Frank Schippan
geboren am 23. Mai 1970 in Annhütte

Präsident der Humboldt-Universität zu Berlin:
Prof. Dr. Jürgen Mlynek

Dekan der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät I:
Prof. Dr. Bernhard Ronacher

Gutachter:

1. Prof. Dr. Klaus H. Ploog
2. Prof. Dr. Wolfgang Neumann
3. Prof. Dr. Kurt R. A. Ziebeck

| | |
|-----------------------------|-------------------|
| eingereicht am: | 26. Juni 2000 |
| Tag der mündlichen Prüfung: | 01. Dezember 2000 |

Abstract

This work investigates the growth and characterization of magnetic MnAs layers on semi-insulating GaAs substrates. The single-crystalline MnAs layers are deposited on GaAs by molecular beam epitaxy.

A detailed analysis of the MnAs growth reveals the influence of the growth conditions on the structural quality of the layers. A phase diagram showing four stoichiometry dependent reconstructions is obtained by a systematic analysis of the MnAs surface structure. The nucleation of MnAs during growth of the first monolayers is examined by *in-situ* reflection electron diffraction and reflectance difference spectroscopy measurements.

The structural properties of the MnAs layers are analyzed by transmission electron microscopy. It is found that the lattice mismatch is accommodated at the MnAs/GaAs interface by a coincidence lattice along one direction and by misfit dislocation along the perpendicular direction.

The discussion of the magnetic properties covers the macroscopic as well as the microscopic scales. Magnetometry results provide important knowledge about thin film magnetism in MnAs layers. Extensive magnetic force microscopy investigations of the magnetic domains in MnAs illustrate the complicated relationship between surface topography and magnetic structure. Imaging of magnetic domains as a function of the applied magnetic field gives new insights on magnetization behavior on a microscopic scale.

The MnAs phase transition at 43°C is investigated by combined X-ray diffraction and magnetization measurements. The MnAs structure changes from the ferromagnetic to the paramagnetic state, accompanied by a crystal structure change from hexagonal to orthorhombic. A detailed analysis of the phase transition provides important information concerning crystal growth and allows optimization of the fabrication conditions.

Keywords:

molecular beam epitaxy, thin magnetic layers, surface structure, interface structure

Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit befaßt sich mit der Herstellung und Untersuchung magnetischer MnAs-Schichten auf halbleitenden GaAs-Substraten. Die einkristallinen MnAs-Schichten wurden unter Verwendung der Molekularstrahlepitaxie auf GaAs abgeschieden.

Die detaillierte Darstellung des MnAs-Wachstums beschreibt den Einfluß der Herstellungsbedingungen auf die strukturelle Qualität. Eine systematische Analyse der MnAs-Oberflächenstruktur resultiert in einem Phasendiagramm der Rekonstruktionen. Die Keimbildung von MnAs während des Wachstums der ersten Monolagen wird anhand der Ergebnisse einer *in-situ*-Analyse diskutiert. Dabei kamen komplementär die Reflexionselektronenbeugung und die Reflexionsdifferenzspektroskopie zum Einsatz.

Die strukturellen Eigenschaften der MnAs-Schichten wurden mittels Transmissionselektronenmikroskopie analysiert. Eingehende Studien der Grenzfläche zeigen zwei richtungsabhängige Mechanismen des Abbaus der Gitterfehlpassung in dem Heteroepitaxiesystem MnAs/GaAs.

Die Diskussion der magnetischen Eigenschaften erfolgte sowohl auf makroskopischer als auch auf mikroskopischer Skala. Die durch Magnetometrie erhaltenen Resultate liefern wichtige Erkenntnisse zum Magnetismus dünner Schichten. Untersuchungen der magnetischen Domänen in MnAs mittels magnetischer Kraftmikroskopie zeigen das komplizierte Wechselspiel zwischen Oberflächentopographie und magnetischer Struktur. Die Abbildung der magnetischen Domänen als Funktion des angelegten magnetischen Feldes gibt Aufschluß über das Magnetisierungsverhalten auf mikroskopischer Skala.

Schlagwörter:

Molekularstrahlepitaxie, Dünne magnetische Schichten, Oberflächenstruktur, Grenzflächenstruktur

Inhaltsverzeichnis

| | | |
|----------|---|-----------|
| 1 | Einleitung | 2 |
| 1.1 | Vorbetrachtungen | 2 |
| 1.2 | Kombination von Mn und GaAs - Rückblick und aktuelle For- schungen | 3 |
| 2 | Experimentelle Methoden | 6 |
| 2.1 | Die MBE-Anlage | 6 |
| 2.2 | Beugungsmethoden | 8 |
| 2.2.1 | Elektronenbeugung | 8 |
| 2.2.2 | Röntgenbeugung | 10 |
| 2.3 | Reflexionsdifferenzspektroskopie | 11 |
| 2.4 | Magnetische Untersuchungen | 13 |
| 2.4.1 | Magnetometrie mittels SQUID | 14 |
| 2.4.2 | Magnetische Kraftmikroskopie (MFM) | 15 |
| 3 | Epitaktisches Wachstum von MnAs auf GaAs(001) | 18 |
| 3.1 | Herstellung von MnAs-Schichten auf GaAs | 18 |
| 3.2 | Rekonstruktionen der Wachstumsoberfläche | 23 |
| 3.2.1 | Rekonstruktionen der statischen Oberfläche | 24 |
| 3.2.2 | Rekonstruktionen während des Wachstums | 26 |
| 4 | Strukturelle Eigenschaften epitaktischer MnAs-Schichten | 30 |
| 4.1 | Probenpräparation und Abbildungsmethoden | 30 |
| 4.2 | Resultate der TEM-Untersuchungen | 31 |
| 4.2.1 | Feinbereichselektronenbeugung | 32 |
| 4.2.2 | Untersuchungen der Grenzfläche GaAs/MnAs | 34 |
| 5 | Magnetische Eigenschaften epitaktischer MnAs-Schichten | 40 |
| 5.1 | Einführung | 40 |
| 5.2 | Magnetismus dünner Schichten | 42 |
| 5.2.1 | Anisotropie | 42 |
| 5.2.2 | Streufeld und Demagnetisierung | 43 |
| 5.3 | Magnetisierungsmessungen | 44 |
| 5.3.1 | In-plane-Magnetisierung | 46 |
| 5.3.2 | Out-of-plane-Magnetisierung | 49 |
| 5.3.3 | Bestimmung der Anisotropie | 51 |
| 5.3.4 | Schichtdickenabhängigkeit der magnetischen Eigenschaften | 52 |
| 5.4 | Mikromagnetische Untersuchungen | 54 |

| | | |
|----------|--|-----------|
| 5.4.1 | Magnetische Struktur im demagnetisierten Zustand | 54 |
| 5.4.2 | Magnetische Struktur in Abhängigkeit vom magnetischen Feld | 57 |
| 6 | Phasenübergänge in MnAs-Schichten | 59 |
| 6.1 | Röntgenbeugung an MnAs-Schichten | 59 |
| 6.2 | Einfluß der Herstellungsbedingungen | 61 |
| 6.3 | Magnetische und strukturelle Untersuchungen des $\alpha \rightarrow \beta$ Pha- senüberganges | 64 |
| 7 | Zusammenfassung und Ausblick | 67 |

Abbildungsverzeichnis

| | | |
|------|--|----|
| 3.1 | Temperaturabhängigkeit des RDS-Signals bei $E = 2.6$ eV. | 18 |
| 3.2 | RHEED-Untersuchung während des Wachstums von MnAs | 19 |
| 3.3 | Epitaktische Beziehung zwischen MnAs($\bar{1}100$) und GaAs(001). | 21 |
| 3.4 | RHEED-Untersuchung auf einer $d(4 \times 4)$ -rekonstruierten Ausgangsoberfläche | 22 |
| 3.5 | RHEED-Untersuchung auf einer (2×4) -rekonstruierten GaAs-Oberfläche. | 23 |
| 3.7 | AFM-Aufzeichnungen von MnAs($\bar{1}100$)-Oberflächen | 25 |
| 3.8 | RHEED-Diagramme der MnAs($\bar{1}100$)-Oberfläche. | 27 |
| 3.9 | Oberflächen-Phasendiagramm des MnAs($\bar{1}100$)-Wachstums auf GaAs(001). | 28 |
| 3.10 | RHEED-Oszillationen | 29 |
| 4.1 | Querschnitt-Aufnahme einer 100 nm dicken MnAs-Schicht. | 31 |
| 4.2 | SAD-Aufnahme einer Aufsichtsprobe | 32 |
| 4.3 | Querschnitt-SAD-Aufnahme. | 33 |
| 4.4 | Lage der Netzebenen im Realraum zu Abb. 4.3. | 33 |
| 4.5 | Modell eines Koinzidenzgitters | 35 |
| 4.6 | TEM-Querschnittsaufnahme | 36 |
| 4.7 | HRTEM-Aufnahme einer Querschnittsprobe | 37 |
| 4.8 | TEM-Querschnitts-Aufnahme | 38 |
| 4.9 | Hochauflösende Aufnahme einer Querschnittsprobe | 39 |
| 5.1 | Exemplarische Hysteresekurve einer ferromagnetischen 20 nm dicken MnAs-Schicht. | 44 |
| 5.2 | Magnetisierungsverhalten entlang drei Kristallrichtungen. | 45 |
| 5.3 | Magnetisierung bei 300 K als Funktion des angelegten magnetischen Feldes für eine 80 nm dicke MnAs-Schicht. | 46 |
| 5.4 | Hysteresemessungen an zwei 100 nm dicken MnAs-Schichten | 47 |
| 5.5 | Magnetisierungsmessung an einer 100 nm dicken MnAs-Schicht mit angelegtem magnetischen Feld entlang der schweren Achse. | 48 |
| 5.6 | Out-of-plane-Magnetisierung einer 100 nm dicken MnAs-Schicht bei 300 K | 49 |
| 5.7 | Kristallographische Lage der leichten, mittelschweren und schweren Achse der Magnetisierung in epitaktischen MnAs-Schichten. | 50 |
| 5.8 | Quantitative Bestimmung der in-plane-Anisotropie bzw. out-of-plane-Anisotropie. | 51 |
| 5.9 | Abhängigkeit der Sättigungsmagnetisierung (M_s) und der Koerzitivfeldstärke (H_c) von der Schichtdicke d | 52 |
| 5.10 | MFM-Messungen einer 100 nm dicken MnAs-Schicht. | 54 |
| 5.11 | AFM-Messung derselben Probe wie in Abb. 5.10. | 55 |
| 5.12 | Hochauflösendes MFM-Bild einer Domänenwand in einer 100 nm dicken MnAs-Schicht. | 56 |

| | | |
|------|--|----|
| 5.13 | Ergebnisse von systematischen MFM-Messungen an einer 100 nm dicken MnAs-Schicht bei Raumtemperatur für verschieden starke Magnetisierungsfelder. | 58 |
| 6.1 | Einheitszellen von α - und β -MnAs. | 60 |
| 6.2 | Röntgenmessungen ($\omega - 2\theta$ scan) an vier MnAs-Schichten mit unterschiedlicher Dicke. | 61 |
| 6.3 | Röntgenmessungen für zwei 200 nm dicke MnAs-Schichten mit unterschiedlichen Temperungszeiten nach dem Wachstum. | 62 |
| 6.4 | Hysteresemessungen bei 300 K an zwei 200 nm dicken MnAs-Schichten. | 62 |
| 6.5 | ω - 2θ -Scan (a) und Hysteresemessung einer 200 nm dicken MnAs-Schicht. | 63 |
| 6.6 | Temperaturabhängige $\omega - 2\theta$ -Röntgenuntersuchungen einer 60 nm dicken MnAs-Schicht. | 64 |
| 6.7 | Strukturelle und magnetische Untersuchung einer 60 nm dicken MnAs-Schicht als Funktion der Temperatur. | 65 |
| 6.8 | Erhaltener $\omega - 2\theta$ -Scan bei Raumtemperatur an einer 180 nm dicken MnAs-Schicht. | 66 |
| 6.9 | Temperaturabhängigen Untersuchung des Anteils der α -Phase und der Sättigungsmagnetisierung an einer 180 nm dicken MnAs-Schicht. | 66 |

1. Einleitung

1.1 Vorbetrachtungen

In der Informationstechnologie finden Dünnschicht- und Oberflächenmagnetismus eine immer breitere Anwendung. Ein Beispiel für die rasante Entwicklung ist der “Giant-Magneto-Resistance-Effect” (GMR), dessen Anwendung heute ein erhebliches Marktvolumen hat [1, 2, 3, 4, 5, 6]. Nur knapp 10 Jahre sind zwischen der Entdeckung des GMR-Effektes in der Grundlagenforschung und den ersten kommerziell gefertigten Festplatten mit GMR-Schreibköpfen vergangen [7, 8, 9, 10].

Ein weiterer entscheidender Fortschritt liegt in der Kombination von Halbleitern mit magnetischen Materialien [11, 12]. Sie gibt Raum für innovative Konzepte, welche magnetische Phänomene mit der Halbleiterelektronik verbinden [13]. Motiviert durch die Möglichkeiten, die sich aus diesen Hybridstrukturen ergeben, ist das Interesse innerhalb der letzten Jahre enorm gewachsen [11]. Die Verwendung von dünnen magnetoresistiven Elementen ermöglicht die Fertigung von nichtflüchtigen Speichern mit einer höheren Packungsdichte als in konventionellen Speichern [14, 15].

Auf die Herstellung dünner magnetischer und Halbleiterschichten kann in der Hochtechnologie und im wissenschaftlichen Bereich nicht mehr verzichtet werden. Bedingt ist dies zum einen durch eine stetige Miniaturisierung von Bauelementen und zum anderen durch das verstärkte wissenschaftliche Interesse an Strukturen, in denen Quanteneffekte niedrigdimensionaler Systeme studiert werden können. Für den Herstellungsprozeß stehen verschiedene Schichtabscheidungsverfahren zur Verfügung. Diese kann man in physikalische und chemische Gasphasenabscheidung sowie in Flüssigphasenabscheidung unterteilen.

In der hier vorliegenden Arbeit wurde die Molekularstrahlepitaxie (molecular beam epitaxy, MBE) als das am weitesten entwickelte physikalische Abscheidungsverfahren zur Herstellung von magnetischen MnAs-Schichten auf GaAs-Substraten verwendet. Die MBE-Technik hat sich heute in der Forschung als ein Standardverfahren zur Herstellung dünner einkristalliner Schichten hoher Qualität etabliert. Diese Methode entstand aus der Forderung, im Ultrahochvakuum (UHV) die Stöchiometrie der Schicht mit molekularer Genauigkeit zu kontrollieren [16]. Frühe Entwicklungen zur Herstellung dünner, jedoch polykristalliner Schichten

auf Glassubstraten erfolgten 1958 von Günther unter Verwendung eines “3-Temperaturverfahrens” (eine Substrat- und zwei Tiegeltemperaturen) [17]. Die Vakuumbedingungen (10^{-5} Torr) waren zu diesem Zeitpunkt jedoch unzureichend.

Die Molekularstrahlepitaxie von Halbleitern begann zehn Jahre später. In den Bell-Laboratorien untersuchten Arthur [18] und Cho [19] im UHV (10^{-11} Torr) die Reaktion von Ga-Atomen und As_2 -Molekülen mit kristallinen GaAs-Oberflächen. Wichtige Beiträge zur Kinetik auf GaAs-Oberflächen wurden von Foxon und Joyce geleistet [20, 21]. Die geringen Wachstumsraten von einigen Monolagen (ML) pro Sekunde ermöglichen eine exakte Kontrolle der Schichtdicke im Nanometerbereich. Die MBE-Technik eröffnete erstmals die Möglichkeit, Heterostrukturen mit abrupten Grenzflächen herzustellen und das Wachstum *in-situ* zu kontrollieren. Die am meisten angewandte *in-situ*-Methode ist die Reflexionselektronenbeugung (reflection high energy electron diffraction, RHEED). Die exakt einstellbaren Materialprofile auf Nanometerskalen erlauben eine gezielte Veränderung der elektronischen Bandstruktur [16, 22, 23]. Diese Techniken werden unter dem Begriff “Band-gap Engineering” zusammengefaßt.

Im industriellen Maßstab findet die MBE-Technik bei der Herstellung von speziellen Bauelementen Anwendung, die gar nicht oder nur mit stark verminderter Qualität mittels anderer Methoden gefertigt werden können. Die Vorteile der MBE, hohe Reinheit und kontrolliertes Wachstum, ermöglichten u.a. erst die Herstellung von GaAs/AlAs Transistoren mit hoher Beweglichkeit bei Raumtemperatur. Diese Transistoren finden in jedem Mobiltelefon als Endstufe Verwendung. Das bekannteste, mittels MBE gefertigte, Bauelement ist der Halbleiterlaser, der in CD-ROM Laufwerken zur optischen Abtastung eingesetzt wird [24]. Neben optischen und elektronischen Bauelementen werden auch Hall-Sensoren im großen Maßstab mit der MBE-Technik hergestellt [25, 26].

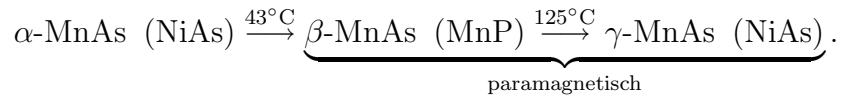
1.2 Kombination von Mn und GaAs - Rückblick und aktuelle Forschungen

Mn wurde als ein mögliches *p*-Dotiermaterial für GaAs untersucht [27]. Der Vorteil gegenüber dem toxischen Be oder Cd ist die leichte Handhabbarkeit. Jedoch beschränkte die geringe Löslichkeit von Mn in GaAs (10^{18} cm^{-3} bei 900°C) dessen Verwendung als Dotiermaterial. Die Oberflächensegregation von Mn kann durch ein Wachstum bei 250°C umgangen werden [28]. Durch dieses Verfahren ist ein Einbau von 3-5% Mn in GaAs möglich. Damit steht ein ferromagnetisches, auf GaAs basierendes Materialsystem zur Verfügung [29]. Die maximale Curie-Temperatur (T_C), bei der ternäres (Ga, Mn)As von dem ferromagnetischen in den

paramagnetischen Zustand übergeht, beträgt 110 K bei einer Mn-Konzentration von 5% und nimmt mit der Mn-Konzentration ab. Typische Werte liegen zwischen 70 K und 30 K [30, 31, 32]. Die ferromagnetische Ordnung verschwindet bei einer geringeren Mn-Konzentration als 0.5% [33]. Dieses Materialsystem wird als verdünnter magnetischer Halbleiter (diluted magnetic semiconductor, DMS) bezeichnet.

Die epitaktische Kombination von magnetischem MnGa mit GaAs erlaubt die Untersuchung magnetischer Schichten auf Halbleitern [34, 35]. Die magnetischen Eigenschaften, wie die geringe maximale Magnetisierung, waren aber nicht sehr erfolgversprechend. Eine weitere interessante Kombination von GaAs mit Mn ist die Integration von MnAs-Schichten auf GaAs-Substraten, die im folgenden vorgestellt wird.

Die binäre Verbindung MnAs liegt in Abhängigkeit von der Temperatur in verschiedenen Phasen vor [36, 37, 38, 39]. Bei Raumtemperatur hat MnAs die hexagonale NiAs-Struktur (α -MnAs) und zeigt ferromagnetisches Verhalten. Die Curie-Temperatur von MnAs beträgt 43°C, der magnetische Übergang ferromagnetisch \rightarrow paramagnetisch wird von einem strukturellen Übergang begleitet. Die Kristallstruktur ändert sich von der hexagonalen NiAs-Struktur in die orthorhombische MnP-Struktur (β -MnAs). Die Gitterkonstanten von α - und β -MnAs unterscheiden sich, wie später gezeigt wird, nur wenig. Ein zweiter Phasenübergang tritt bei 125°C auf, bei dem sich die Struktur wieder in die NiAs-Struktur (γ -MnAs) ändert. Kurz zusammengefaßt, ergibt sich folgende Übersicht:



Beide Phasenübergänge werden von rechts nach links während des Abkühlens nach erfolgtem Wachstum, typischerweise bei 250°C, durchlaufen. Wichtig ist, daß sich das Volumen der MnAs-Einheitszelle an dem Übergang α -MnAs \rightarrow β -MnAs um 2% vergrößert, hervorgerufen durch eine sprunghafte 1%-ige Änderung der Gitterkonstante a [40, 41]. Die Auswirkungen dieser abrupten Änderung werden später im Detail diskutiert.

Die Kompatibilität der Herstellung von MnAs mit der von III-V-Verbindungshalbleitern eröffnet die Möglichkeit, MnAs direkt in einem Herstellungsprozeß auf GaAs-Substraten unter Verwendung der MBE-Technik abzuscheiden und somit alle Vorteile dieser Technik zu nutzen [42]. Im Jahre 1994 wurde erstmals von Tanaka et. al MnAs epitaktisch auf GaAs(001)-Substraten hergestellt [43]. Diese Materialkombination hat große Bedeutung für die Entwicklung von Bauelementen, welche die Vorteile der III-V-Elektronik und magnetische Eigenschaften in

sich vereinen [11, 44]. Das System MnAs/GaAs stellt darüber hinaus ein Modellsystem für das Studium wesentlicher Aspekte der Heteroepitaxie dar. Die Herstellung von GaAs/MnAs/GaAs-Heteroschichten ist bis zum jetzigen Zeitpunkt nur auf GaAs(111)B-Substraten gelungen [45].

Die Einbettung von MnAs in GaAs in Form von kleinen Clustern erlaubt die Analyse des Verhaltens von Mikromagneten. Die Herstellung kann beispielsweise durch eine hohe Mn-Dotierung über die Löslichkeitsgrenze von Mn in GaAs bei geringen Temperaturen (200°C) oder durch Mn-Ionenimplantation erfolgen [46, 47]. Eine anschließende thermische Nachbehandlung führt zu einer Bildung von MnAs-Clustern im Nanometerbereich [48, 49].

MnSb ($T_C = 587$ K) und MnBi ($T_C = 630$ K) liegen ebenfalls in der NiAs-Struktur vor und wurden experimentell wie theoretisch untersucht [50]. Interessante Möglichkeiten eröffnen MnSb/ MnAs-Multischichten auf GaAs, bei denen unterschiedliche Koerzitivfeldstärken ebenfalls GMR-Effekte hervorrufen können [51].

Die epitaktische Kombination von MnAs mit GaAs ist der zentrale Punkt der vorliegenden Arbeit. Die Untersuchung von einkristallinen MnAs-Schichten ergänzt die bis heute vorliegenden Daten. Die strukturellen und magnetischen Analysen bereichern den heutigen Erkenntnisstand ganz besonders. Dazu zählen die systematische Untersuchung der Wachstumsoberfläche während des Wachstums und die Abbildung der magnetischen Struktur auf mikroskopischer Skala.

★ ★ ★

2. Experimentelle Methoden

In diesem Kapitel werden die verwendeten experimentellen Techniken, Verfahren und Apparaturen diskutiert. Zu Beginn wird die in dieser Arbeit benutzte Molekularstrahlepitaxie-Anlage vorgestellt. Fast alle hier erörterten Ergebnisse basieren auf Proben, die mit dieser Anlage hergestellt worden sind. Die *in-situ*-Techniken, insbesondere die Reflexionselektronenbeugung (RHEED), erfahren eine ausführlichere Darstellung. Am Ende des Kapitels finden sich kurze Beschreibungen der magnetischen Untersuchungsmethoden, mit denen wichtige Informationen über magnetische Eigenschaften auf mikroskopischer und makroskopischer Skala erhalten wurden.

2.1 Die MBE-Anlage

Die verwendete MBE-Anlage (M1) ist ein UHV-Zweikammersystem, bestehend aus einer Lade- und einer Wachstumskammer. Je eine Ionenpumpe pro Kammer gewährleistet einen Stand-by-Druck von ca. $0.6\text{--}1 \times 10^{-8}$ Torr. Die Wachstumskammer der M1 (innen mit einer LN_2 -Kaltwand ausgekleidet) ist in Abb. 2.1 rechts oben zu sehen, umgeben von Steuer- und Stromversorgungseinheiten. Neben As, Mn und Ga stehen unter anderem Be und Si zum Dotieren zur Verfügung. Alle Elemente befinden sich in Effusionszellen mit Bornitridtiegel, deren Öffnung konzentrisch auf das Substrat gerichtet sind. Die Effusionszellen werden durch eine dicht über der Zelle liegenden Blende verschlossen. Ein spannungsfreies Fenster entlang der Wachstumsrichtung ermöglicht Reflexionsdifferenzspektroskopie (RDS)-Untersuchungen mit fast senkrechter Inzidenz auf die Probenoberfläche. Der Partialdruck (Beam Equivalent Pressure, BEP) der Elemente wird mit einer Ionenmeßröhre bestimmt. Nach dem Einbau in die Ladekammer (nicht gezeigt) der M1, die bis zu sechs Proben aufnehmen kann, wird das Wasser von der Probe durch Wärmestrahlung einer Halogenlampe desorbiert. Vor dem Transfer in die Wachstumskammer verbleiben die Proben ca. 36 Stunden in der Ladekammer, um möglichst wenig Verunreinigungen einzubringen.

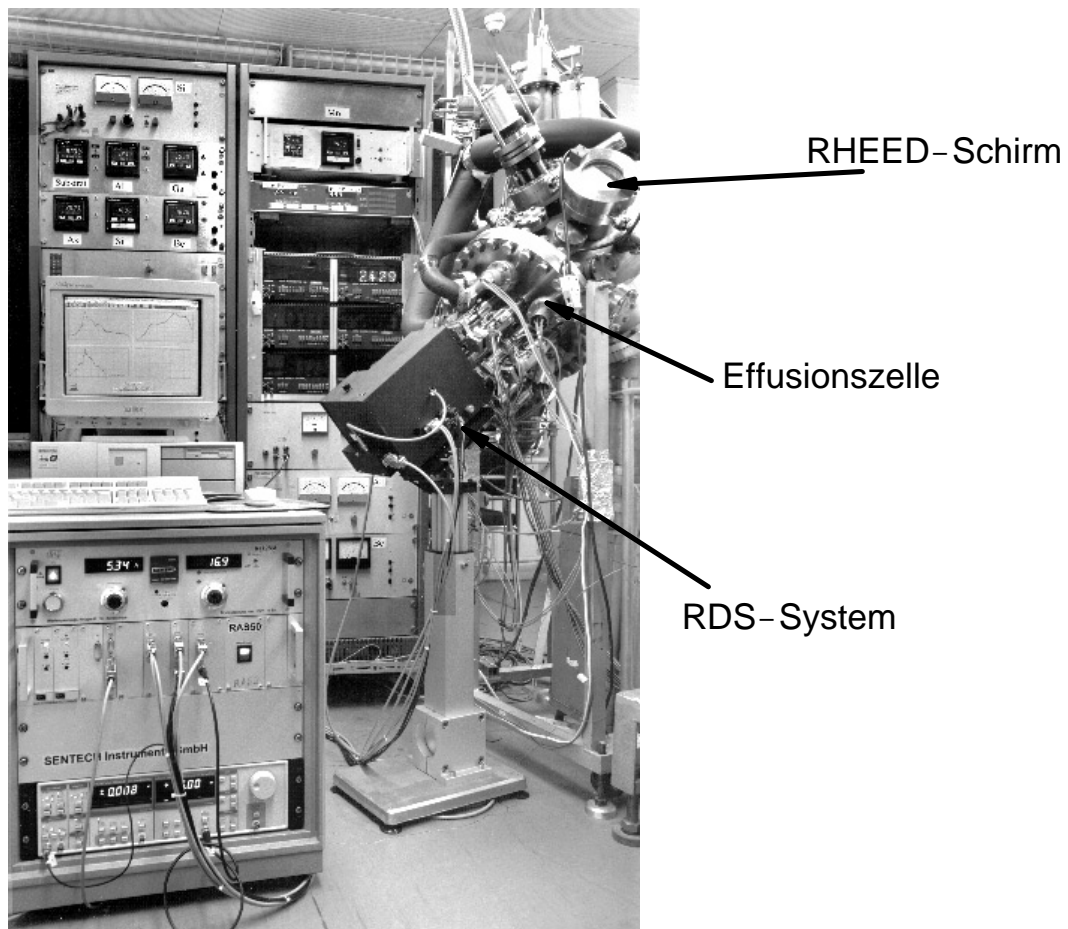


Abb. 2.1 Anlage MBE I. Im Vordergrund ist das Steuergerät für die Reflexionsdifferenzspektroskopie zu sehen. Die Geräte links hinten und in der Mitte stellen die Versorgungsspannungen zum Heizen der Zellen bereit.

Der Ausgangspunkt für die Epitaxie des III-V-Halbleiters GaAs ist eine epi-ready GaAs(001)-Oberfläche, welche mit einer schützenden Oxidschicht versehen ist. Diese Oxidschicht wird in der Wachstumskammer kurz vor dem Beginn des Wachstums bei 580°C thermisch desorbiert [52]. Anschließend liegt eine saubere, kristallographisch geordnete Oberfläche vor. Die Einstellung der genauen Wachstumstemperatur ist wichtig, um eine hohe Güte der wachsenden Schicht zu garantieren. Dazu sind die GaAs-Substrate mit In auf einem Mo-Halter geklebt, der rückseitig beheizt wird. Die Substrattemperatur wird durch einen Eurothermregler mit einem kontinuierlichen Proportional-, Integral- und Differential-Stellglied (PID) kontrolliert sowie durch ein Thermoelement direkt am Probenhalter gemessen. Die eingestellte Substrattemperatur beeinflusst die Beweglichkeit der Konstituenten (Ga, Mn, As) auf der Oberfläche und somit die Verweildauer bis zum Einbau auf die jeweiligen Gitterplätze. Der Fluß des Gruppe-III-Elementes

bestimmt die Wachstumsrate, da der Haftkoeffizient auf der (001)-Oberfläche fast Eins ist [20, 21]. Der Haftkoeffizient des Gruppe-V-Elementes ist nur dann von Null verschieden, wenn auf der Oberfläche bereits Atome des Gruppe-III-Elementes vorhanden sind. Ein Überangebot des Gruppe-V-Elementes während des Wachstums stellt die stöchiometrische Selbstregulierung ein. Ausführliche Beschreibungen sind u.a. in [53, 22] zu finden.

2.2 Beugungsmethoden

2.2.1 Elektronenbeugung

Als *die* Standardmethode für die Strukturanalyse während des Wachstums hat sich die Reflexionselektronenbeugung mit streifendem Einfall (reflection high energy electron diffraction, RHEED) durchgesetzt. Der streifende Einfall ist gut mit der Aufdampfgeometrie vereinbar und ermöglicht eine detaillierte Analyse der Oberflächenstruktur und -morphologie der entstehenden Schicht.

Ein hochkollimierter monoenergetischer Elektronenstrahl ist streifend auf das Substrat gerichtet, das Beugungsbild wird auf dem gegenüberliegenden Fluoreszenzschirm abgebildet. Die Beschreibung der Beugung erfolgt im reziproken Raum (\mathbf{k} -Raum). Zum besseren Verständnis soll hier das Prinzip zusammenfassend wiedergegeben werden.

Die Beugung kann im \mathbf{k} -Raum geometrisch konstruiert werden, wenn nur elastische Streuung berücksichtigt wird. Elastische Streuung ist gegeben, wenn die Wellenvektoren der einfallenden Elektronen \mathbf{k}_0 und der gebeugten Elektronen \mathbf{k}' denselben Betrag besitzen, $|\mathbf{k}'| = |\mathbf{k}_0|$. Auf dem Leuchtschirm sind dann Reflexe zu beobachten, die der folgenden Bedingung genügen:

$$\mathbf{k}' - \mathbf{k}_0 = \mathbf{G}. \quad (2.1)$$

Somit unterscheiden sich \mathbf{k}' und \mathbf{k}_0 genau um den reziproken Gittervektor \mathbf{G} . Mit Hilfe der Ewaldkonstruktion, gezeigt in Abb. 2.2, kann man sich diese Beziehung im reziproken Raum geometrisch veranschaulichen. Um den Endpunkt des einfallenden Wellenvektors \mathbf{k}_0 wird eine Kugel mit dem Radius $|\mathbf{k}_0|$ gezogen, so daß die Kugeloberfläche im Ursprung des reziproken Gitters \mathcal{O} liegt.

Der geringe Einfallswinkel ($1^\circ - 3^\circ$) und die kleine senkrechte Komponente des Impulses vereinfacht die Beschreibung der Beugung auf ein zweidimensionales Problem. Betrachtet man eine ideal glatte Oberfläche, so führt die Reduzierung der Dimension zu reziproken, unendlich dünnen Gitterstäben, die senkrecht zur untersuchten Oberfläche stehen. Abbildung 2.3 zeigt die Ewaldkonstruktion für diesen Fall. Die reziproken Gitterstäbe, die durch die Ewaldkugel geschnitten werden, führen zu Reflexen, die auf konzentrisch angeordneten Kreisen sichtbar sind. Die entstehenden Kreise L_n werden als Laue-Kreise der Ordnung n bezeichnet. Werden diese Überlegungen auf reale Oberflächen angewandt, die nur über

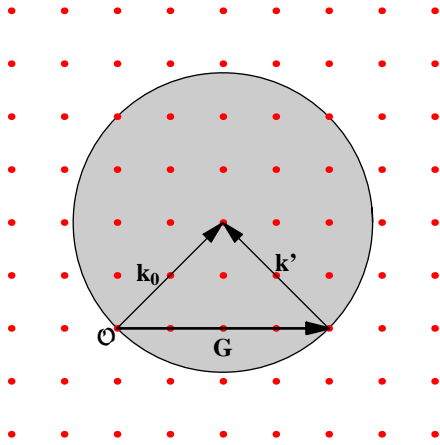


Abb. 2.2 Ewaldkonstruktion im zweidimensionalen reziproken Raum zu Gleichung (2.1).

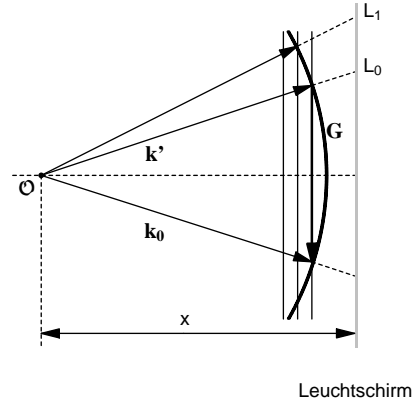


Abb. 2.3 Ewaldkonstruktion für die RHEED-Geometrie mit streifendem Einfall.

endliche Bereiche streng geordnet sind und Defekte aufweisen, haben die Gitterstäbe einen elliptischen Querschnitt. Die Reflexe auf dem Leuchtschirm sind in diesem Fall verbreitert. Bei einer rauen Oberfläche werden die Spitzen von den Elektronen durchgestrahlt, es wird ein reflexreiches Quasidurchstrahlungsdiagramm (Abb. 2.4) beobachtet. Infolge der Abschattung durch die Probe wird nur die Hälfte des Beugungsdiagramms auf dem Schirm abgebildet.

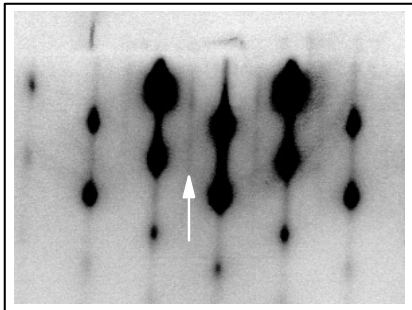


Abb. 2.4 RHEED-Diagramm einer rauen MnAs as-grown-Oberfläche, aufgenommen im $[11\bar{2}0]$ -Azimut.

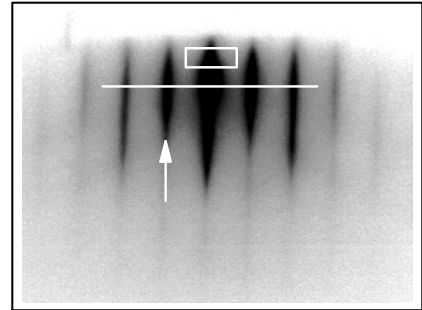


Abb. 2.5 RHEED-Diagramm des MnAs $[11\bar{2}0]$ -Azimuts einer geglätteten Oberfläche.

Das RHEED-Diagramm einer glatten Oberfläche mit einer hohen Dichte von Stufen ist durch verlängerte Reflexe gekennzeichnet, falls der Elektronenstrahl senkrecht zu den Stufen einfällt (Abb. 2.5).

In dieser Arbeit wurden Oberflächen untersucht, die im allgemeinen homogen rekonstruiert vorliegen. Dadurch treten neben den Hauptstrukturreflexen weitere Überstrukturreflexe auf. Die Rekonstruktion der Oberfläche erniedrigt die Symmetrie der Oberflächenmasche, so daß die Periode der Oberflächenmasche größer wird als die der Volumenzelle. Deshalb treten die Überstrukturreflexe zwi-

schen den Hauptstruktureflexen auf und unterteilen diese in symmetrische Abschnitte. Der Notation von Wood entsprechend wird die strukturelle Umordnung als $(m \times n)$ ϑ -Rekonstruktion bezeichnet [54]. Die Zahlen m und n sind Vielfache der ursprünglichen Periode in Richtung der kürzesten Verschiebungsperiode. Der Winkel ϑ gibt eine mögliche Verdrehung der Elementarmasche gegenüber der nichtrekonstruierten Oberfläche an. In Abb. 2.4 sind Überstruktureflexe schwach ausgebildet (schwache 2er Rekonstruktion, durch Pfeil gekennzeichnet), in Abb. 2.5 jedoch klar erkennbar und voll ausgeprägt.

Die hier gezeigten Beugungsdiagramme wurden mit einem System, bestehend aus CCD-Kamera, Bilderfassung und -verarbeitung, aufgenommen. Die elektronische Bilderfassung und Videoaufzeichnung erlaubt spätere Auswertungen sowie Momentaufnahmen des RHEED-Beugungsdiagramms. Besonders hervorzuheben ist die Möglichkeit, die Intensitäten des RHEED-Bildes entlang einer Linie oder innerhalb verschiedener geometrischer Begrenzungen als Funktion der Zeit aufzunehmen. Diese beiden möglichen Sensoren sind in Abb. 2.5 eingezeichnet. So ist es möglich, zeitliche Veränderungen, z. B. neu auftretende Reflexe oder Intensitätsänderungen, im RHEED-Diagramm zu verfolgen.

2.2.2 Röntgenbeugung

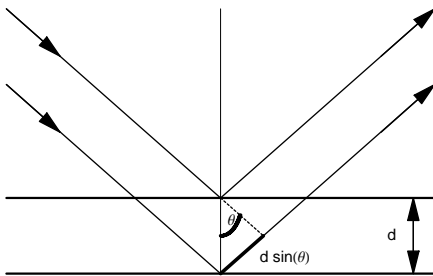


Abb. 2.6 Bragg-Bedingung für Beugung an parallelen Netzebenen.

In dieser Arbeit kam die Röntgenbeugung im wesentlichen zur Bestimmung der Gitterkonstanten entlang der Wachstumsrichtung zum Einsatz. Durch die unterschiedlichen Gitterkonstanten von α - und β -MnAs können somit die Anteile beider Phasen bestimmt werden. Temperaturabhängige Röntgenexperimente erlauben die Ermittlung der prozentualen Anteile von α - und β -MnAs als Funktion der Temperatur. Die Messung der Gitterkonstanten kann auf die wohlbekannte

Bragg-Gleichung (2.2) zurückgeführt werden:

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (2.2)$$

Dabei beschreibt d_{hkl} den Abstand der Gitterebenen mit den Miller-Indizes (hkl) und θ den Bragg-Winkel. Abbildung 2.6 zeigt graphisch die Bragg-Bedingung. Ergebnisse in dieser Arbeit wurden mit einem Doppelkristall-Diffraktometer mit Drehanodengenerator gewonnen. Die Wellenlänge der Cu K_α -Linie beträgt 1.5406 Å. Der GaAs(002)-Reflex des Substrates tritt bei dieser Wellenlänge unter einem Bragg-Winkel von 15.813° auf und wurde gleichzeitig zur Kalibrierung der Gitterabstände genutzt.

2.3 Reflexionsdifferenzspektroskopie

Optische Methoden, die während des Wachstumsprozesses Einsatz finden, haben in den letzten Jahren eine verstärkte Entwicklung erfahren [55, 56, 57]. Die Reflexionsdifferenzspektroskopie (RDS) wurde ursprünglich für Verfahren, bei denen die Elektronenbeugung aufgrund zu hoher Restgasdrücke nicht eingesetzt werden kann, entwickelt. Der Einsatz der RDS-Technik während des MBE-Wachstums hat wichtige Beiträge zur *in-situ*-Oberflächenuntersuchung geliefert [58]. Insbesondere können durch RDS-Messungen Aussagen über die Oberflächenchemie getroffen werden. RDS basiert auf der Wechselwirkung von polarisierter elektromagnetischer Strahlung mit den elektrischen Dipolmomenten auf der Oberfläche und im Volumen.

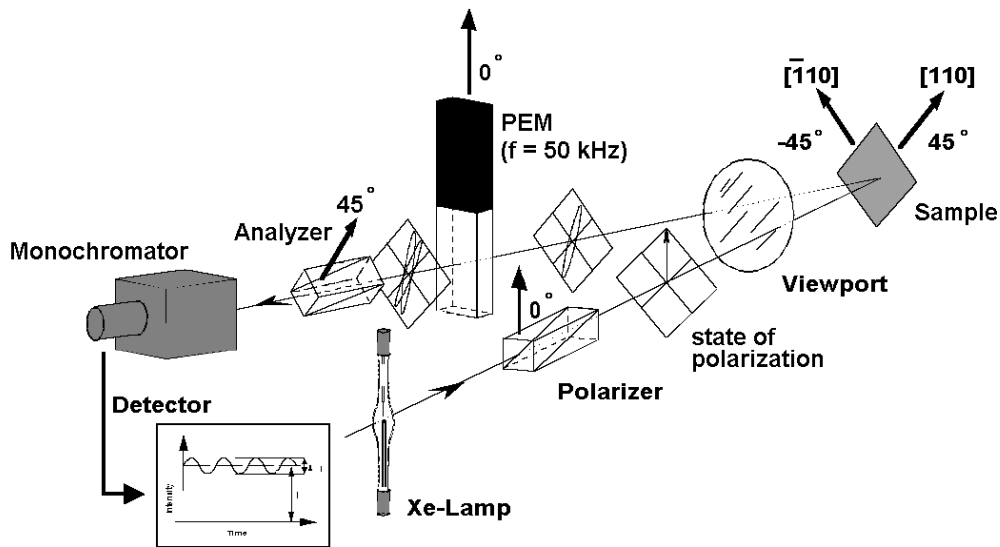


Abb. 2.7 Schematischer Aufbau des RDS-Systems, modifiziert aus [57]. Linear polarisiertes Licht tritt durch ein spannungsfreies Fenster auf die Probe. Die Polarisationssebene des einfallenden Lichtes liegt zwischen den beiden Kristallachsen $\bar{[110]}$ und $[110]$ des GaAs.

Die Meßgröße ist die Differenz der Reflektivität (r) zwischen zwei orthogonalen Polarisationszuständen bei fast senkrechter Inzidenz. Das in dieser Arbeit verwendete RDS-System basiert auf den Entwicklungen von Aspnes et al. [59]. Linear polarisiertes Licht tritt durch ein spannungsfreies Fenster in die Wachstumskammer auf die Oberfläche des zu untersuchenden Materials. Die Polarisationssebene des einfallenden Lichtes liegt zwischen den beiden Kristallachsen $\bar{[110]}$ und $[110]$ des GaAs-Substrates (Abb. 2.7). Die exakte azimutale Ausrichtung der Probe wird durch den Manipulator eingestellt und mit Hilfe des RHEED-Diagramms kontrolliert. Unterschiedliche Reflektivitäten ($r_{[hko]}$) der $[110]$ - und $\bar{[110]}$ -Richtung der GaAs(001)-Oberfläche ergeben folgendes Meßsignal:

$$\mathcal{Re}\left(\frac{\Delta r}{r}\right) = 2 \frac{r_{[\bar{1}10]} - r_{[110]}}{r_{[\bar{1}10]} + r_{[110]}}, \quad \mathcal{Re}\text{--Realteil.} \quad (2.3)$$

Aus (2.3) folgt: Wird die (001)-Oberfläche eines Materials mit Zinkblendestruktur ohne jegliche Rekonstruktionen gemessen, ergibt sich kein Meßsignal, da $r_{[\bar{1}10]} - r_{[110]} = 0$. Erst eine unterschiedliche, durch Rekonstruktionen hervorgerufene Symmetrie entlang der $[\bar{1}10]$ - und $[110]$ -Richtung resultiert in unterschiedliche Reflektivitäten $r_{[hk0]}$, die nach (2.3) das Meßsignal ergeben. Die verschiedenen rekonstruierten GaAs(001)-Oberflächen wurden sehr intensiv mittels RDS untersucht [60]. Charakteristische Eigenschaften der RDS-Spektren wurden mit gleichzeitig erhaltenen RHEED-Diagrammen verglichen. Einige wichtige Rekonstruktionen sind in Abb. 2.8 gezeigt. Im Rahmen dieser Arbeit spielen die (2×4) - und die $c(4 \times 4)$ -Rekonstruktion der GaAs(001)-Oberfläche eine wichtige Rolle. Beide Typen sind durch eine As-reiche Oberfläche gekennzeichnet. Die (2×4) -Rekonstruktion ist für das Wachstum von GaAs interessant, da sich diese Oberflächenkonfiguration über einen weiten Bereich der Substrattemperatur und des III-V-Verhältnisses erstreckt [61].

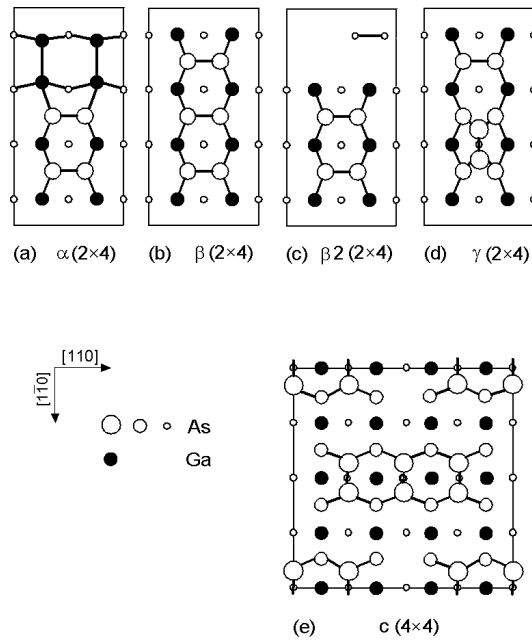


Abb. 2.8 Strukturmodell der GaAs(001)- (2×4) - und $c(4 \times 4)$ -Rekonstruktionen. Die verschiedenen Modifikationen der (2×4) -Rekonstruktion unterscheiden sich in der Anordnung der As-Dimere auf der Oberfläche. Die $c(4 \times 4)$ -Rekonstruktion ist durch eine As-Bedeckung von $7/4$ -ML gekennzeichnet.

Die GaAs(001)- (2×4) -Struktur kann in verschiedenen Phasen (α , β und γ) auftreten, welche sich durch unterschiedliche Anordnung der As-Dimere und -Bedeckungen unterscheiden. So ist die $\beta 2(2 \times 4)$ -Rekonstruktion durch zwei As-Dimere in der obersten Lage und einem weiteren As-Dimer in der dritten Atom-

lage entlang der $[110]$ -Richtung gekennzeichnet. Im folgenden wird nicht zwischen der $\beta 2(2 \times 4)$ - und $\beta(2 \times 4)$ -Phase unterschieden und die entsprechende Struktur als (2×4) -Rekonstruktion bezeichnet. Die $c(4 \times 4)$ -Rekonstruktion als eine der As-reichsten GaAs(001)-Oberflächen weist eine As-Bedeckung von $7/4$ -ML auf (Abb. 2.8).

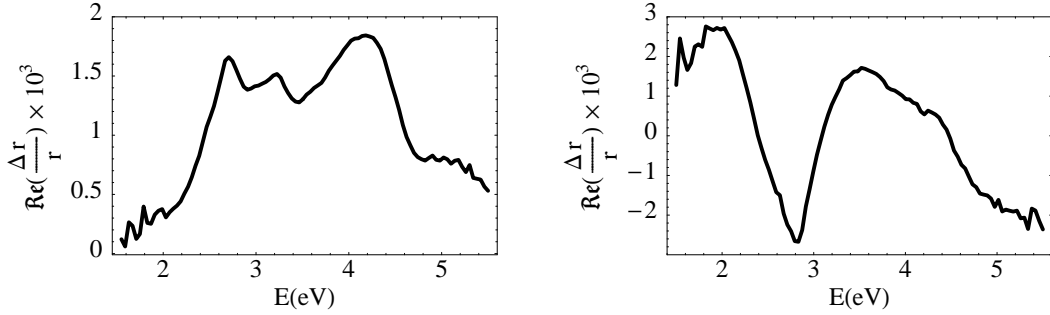


Abb. 2.9 RDS-Spektren der GaAs(001)-Oberfläche für zwei unterschiedliche Rekonstruktionen, aufgenommen bei einer Substrattemperatur von 250°C . Links: Spektrum der (2×4) -Rekonstruktion (Probe: m1420), aufgezeichnet bei einem As_4 -BEP von 2.5×10^{-7} Torr, Rechts: $c(4 \times 4)$ -Rekonstruktion, aufgenommen bei einem As_4 -BEP von 1.5×10^{-6} Torr (Probe: m1371).

Die RDS-Spektren der (2×4) - und $c(4 \times 4)$ -Rekonstruktion sind in Abb. 2.9 gezeigt. Das Spektrum der (2×4) -Rekonstruktion ist durch einen positiven Peak bei 2.6 eV charakterisiert, währenddessen das Spektrum der $c(4 \times 4)$ -Rekonstruktion bei dieser Energie ein ausgeprägtes Minimum aufweist.

Durch softwaregesteuerte Messungen ist eine zeitabhängige Erfassung von Spektren realisierbar. Zusätzlich ist die Möglichkeit gegeben, das Signal bei konstanter Photonenenergie, z. B. 2.6 eV, als Funktion der Zeit aufzuzeichnen. Dadurch ist es möglich, den Übergang der Oberflächenkonfiguration von der (2×4) - zur $c(4 \times 4)$ -Rekonstruktion sehr exakt zu verfolgen.

2.4 Magnetische Untersuchungen

Die Untersuchung der magnetischen Eigenschaften ist ein zentraler Punkt dieser Arbeit. Die Magnetometrie hat die Aufgabe, die Magnetisierung $\mathbf{M}(\mathbf{H})$ bzw. das magnetische Moment $\mathbf{m}(\mathbf{H})$ einer Probe in Abhängigkeit vom äußeren Feld \mathbf{H} zu untersuchen. Bei der Analyse von dünnen Schichten im Nanometerbereich sind die Anforderungen an die Empfindlichkeit besonders hoch, da die Menge des Materials sehr gering ist (typischerweise $\sim 1/1000 \text{ mm}^3$).

2.4.1 Magnetometrie mittels SQUID

Magnetfeldsensoren sind seit langem ein weit verbreitetes Werkzeug zur Untersuchung magnetischer Eigenschaften von Festkörpern. Für die Messung von sehr kleinen Magnetfeldern bzw. Flußdichten bieten sogenannte Superconducting-Quantum-Interference-Device-(SQUID)-Magnetometer eine bisher unübertroffene Genauigkeit. Ein SQUID besteht aus einem supraleitenden Ring, in den zwei dünne Isolatorstellen (Josephson-Kontakte) eingebaut sind. Die abfallende Gleichspannung (U) über den Ring als Funktion des magnetischen Flusses (Φ) ist in Abb. 2.10(rechts) gezeigt:

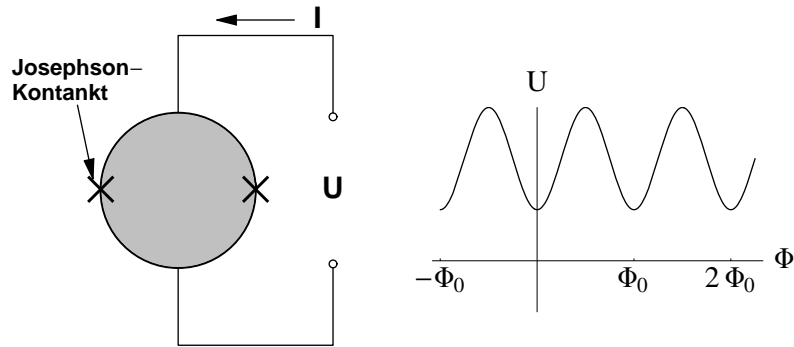


Abb. 2.10 Schematische Darstellung eines SQUID (links) mit der charakteristischen $U(\Phi)$ -Kennlinie (rechts).

Die $U(\Phi)$ -Abhängigkeit ist periodisch mit dem magnetischen Flußquant Φ_0 [62]:

$$\Phi_0 = \frac{h}{2e} = 2.07 \times 10^{-17} \text{ T m}^2. \quad (2.4)$$

Dabei sind h das Plancksche Wirkungsquantum und e die Elementarladung. Die Φ_0 -Quantelung ermöglicht die Verwendung von SQUIDs als höchstempfindliche Sensoren für magnetischen Fluß bzw. magnetische Felder. Das SQUID ist im Magnetometer von der Probe, die sich im allgemeinen in einem hohen Magnetfeld befindet, räumlich getrennt. Das magnetische Signal der Probe wird von einer Aufnahmespule mit vielen Windungen um die Probe aufgenommen und durch eine zusätzliche Induktivität (Flußtransformator) in das SQUID induktiv eingekoppelt (schematisch in Abb. 2.11). Auf diese Weise ist es möglich, den Fluß über die große Fläche der Aufnahmespule zu sammeln und somit die Auflösung zu erhöhen, da das SQUID in der Regel nur einige mm^2 groß ist.

Um eine Auflösung kleiner als Φ_0 und einen Meßbereich größer als Φ_0 zu erreichen, nutzt man das SQUID als Nulldetektor. Dazu wird ein zusätzlicher Fluß $\Phi_a(t)$ in das SQUID eingekoppelt. Dieser besteht aus einem Wechselfeld $\Phi_o(t)$ (100 kHz) mit konstanter Frequenz und einem konstanten Feld Φ_c :

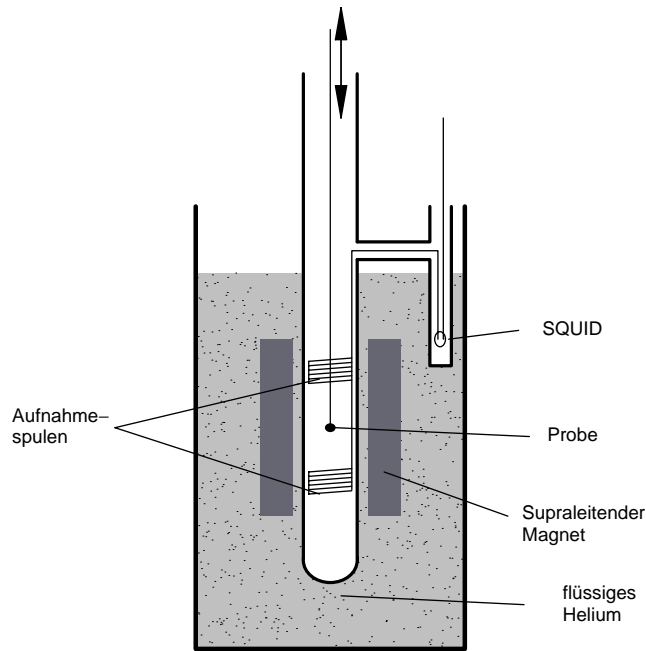


Abb. 2.11 Schematische Darstellung eines SQUID-Magnetometers.

$$\Phi_a(t) = \Phi_c + \Phi_o(t). \quad (2.5)$$

Falls die Summe von Φ_c und dem gemessenen Fluß Φ_m Null oder $n\Phi_0$ ergibt, enthält das detektierte Signal keine Wechselfeldkomponente von 100 kHz, da im Minimum der Kennlinie die Frequenz verdoppelt wird. Ist jedoch die Summe ungleich Null, so enthält das Signal die Frequenz von 100 kHz. Die nachgeschaltete Lock-in-Elektronik reguliert einen Regelkreis, der Φ_c so einstellt, daß wieder ein Nullsignal erhalten wird. Der dazu aufzubringende Strom ist zum gemessenen Fluß proportional und entspricht dem magnetischen Moment des zu untersuchenden Materials.

2.4.2 Magnetische Kraftmikroskopie (MFM)

Die Untersuchung der magnetischen Struktur auf mikroskopischer Basis, insbesondere Form, Größe und Struktur von Domänen und Domänenwänden, spielt eine wichtige Rolle bei der Charakterisierung dünner magnetischer Schichten [63]. Die Magnetische Kraftmikroskopie (magnetic force microscopy MFM) hat sich aufgrund der hohen lokalen Auflösung ($\sim 1 \mu\text{m}$) als bestes Verfahren zur Abbildung kleiner magnetischer Strukturen erwiesen. MFM wird z.B. in der Qualitätssicherung bei strukturierten Bauelementen eingesetzt, speziell bei der Herstellung

von Speichermedien mit hoher Speicherdichte [64, 65, 66].

Das magnetische Kraftmikroskop basiert auf Atomic Force Microscopy (AFM) im Nicht-Kontakt (NC)-Modus. Die magnetische Wechselwirkung zwischen Probe und Spitze wird durch eine magnetische Beschichtung der Spitze vermittelt. Die Spitze ist an einem Cantilever befestigt, der dicht an seiner Resonanzfrequenz f_0 angeregt wird, wobei die Spitze mit der Amplitude A ausgelenkt wird [67]. Ohne gegenseitige Wechselwirkung zwischen der Spitze mit der Masse m und der Probe ist die Bewegungsgleichung, die der eines harmonischen Oszillators entspricht, gegeben durch:

$$\frac{\partial^2 z}{\partial t^2} + 2\frac{\beta}{m}\frac{\partial z}{\partial t} + \omega_0^2(z - z_0) = A_0\omega_0 \cos(\omega t). \quad (2.6)$$

Dabei beschreiben $z(t)$ den momentanen Abstand zwischen Probe und Spitze, z_0 den mittleren Abstand, A_0 die Anregungsamplitude und $\omega_0 = 2\pi f_0$ die Kreisfrequenz. Die Dämpfung des oszillierenden Systems wird durch β dargestellt. Eine Wechselwirkung, z. B. eine Kraft $F(z)$ zwischen Probe und Spitze, wird in Gleichung (2.6) durch einen zusätzlichen Term $F(z)/m$ auf der linken Seite ausgedrückt. $F(z)$ ist im allgemeinen eine nichtanalytische Funktion und $z(t)$ wird anharmonisch. Damit gestaltet sich eine analytische Lösung von (2.6) in den meisten Fällen als sehr schwierig. Für hinreichend kleine Amplituden der zusätzlichen Kraft $F(z)$ kann sie als Taylor-Reihe approximiert werden. Die effektive Federkonstante c_{eff} des Cantilevers nimmt in erster Näherung folgende Form an:

$$c_{\text{eff}} = c - \frac{\partial F}{\partial z}. \quad (2.7)$$

Damit wird auch die Schwingfrequenz f_0 des Cantilevers verschoben:

$$f = f_0 \sqrt{1 - \frac{\partial F/\partial z}{c}}. \quad (2.8)$$

Im Experiment sind die Kreisfrequenz ω und die Phasenverschiebung zwischen ω und der anregenden Frequenz ω_0 zugängliche Größen. Daraus läßt sich die magnetische Wechselwirkung zwischen Probe und Spitze ableiten, die dem Magnetkontrast entspricht.

Die Resultate in dieser Arbeit wurden mit einem NC multi-mode AFM der Firma Park Scientific Instruments erhalten. Als Spitzen fungierten hartmagnetische Co-beschichtete Park-Ultralever. Zwischen magnetisierter Spitze mit dem magnetischen Moment \mathbf{M}_{tip} und der Probe mit dem Streufeld $\mathbf{H}_{\text{sample}}$ besteht folgendes Potential φ :

$$\varphi = -\mu_0 \int \mathbf{M}_{\text{tip}} \cdot \mathbf{H}_{\text{sample}} dV_{\text{tip}}. \quad (2.9)$$

Dabei ist über das Volumen der Spitze V_{tip} zu integrieren. Die wirkende Kraft auf die magnetische Spitze ist dann gegeben durch:

$$F = -\nabla\varphi = \mu_0 \int \nabla (\mathbf{M}_{\text{tip}} \cdot \mathbf{H}_{\text{sample}}) dV_{\text{tip}}. \quad (2.10)$$

Die Magnetisierung der Spitzen erfolgte senkrecht zur Probenoberfläche. Mit $\mathbf{M}_{\text{tip}} = (0, 0, M_z)$ vereinfacht sich (2.10) zu:

$$F = \mu_0 M_z \frac{d}{dz} \int H_z dV_{\text{tip}} \rightarrow \frac{dF}{dz} \propto \frac{d^2}{dz^2} \int H_z dV_{\text{tip}}. \quad (2.11)$$

Mit der Kombination von (2.8), in die die erste Ableitung von $F(z)$ eingeht, entspricht der gemessene Magnetkontrast der zweiten Ableitung der z -Komponente des magnetischen Feldes der Probe. Schlußfolgernd entspricht eine Änderung im Kontrast eines MFM-Bildes einer Änderung des Magnetisierungsvektors bezüglich Betrag und Richtung in der Probe.

Zur Demonstration erfolgte die Messung der magnetischen Struktur einer Festplatte (CoCrPtTa-Material), deren Ergebnis in Abb. 2.12 gezeigt ist.

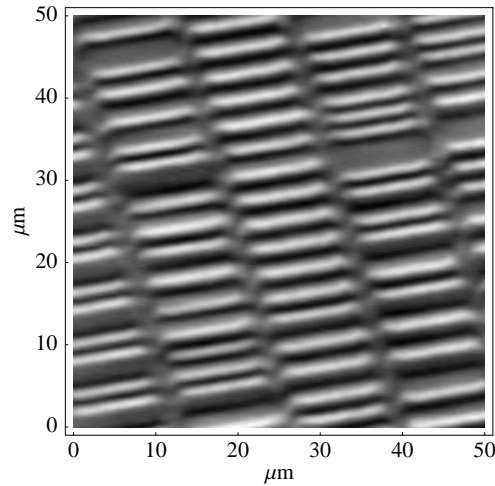


Abb. 2.12 MFM-Abbildung einer Festplatte. Deutlich sind die Bits auf mehreren Spuren zu erkennen.

★ ★ ★

3. Epitaktisches Wachstum von MnAs auf GaAs(001)

Dieses Kapitel beschreibt die experimentellen Details des MnAs-Wachstums auf GaAs(001)-Substraten. Der Wachstumsprozeß kann durch die verschiedenen *in-situ*-Techniken in Echtzeit kontrolliert werden. Das MnAs-Wachstum wird für unterschiedliche Ausgangsbedingungen bezüglich Keimbildung und epitaktischer Ausrichtung diskutiert.

3.1 Herstellung von MnAs-Schichten auf GaAs

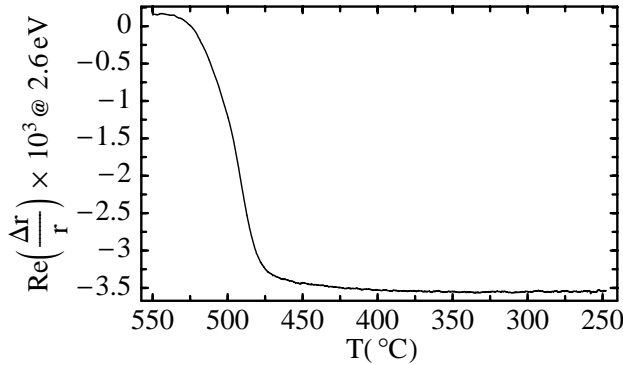


Abb. 3.1 Temperaturabhängigkeit des RDS-Signals bei $E = 2.6$ eV. Die Messung wurde während des Abkühlens in einem Zeitraum von 20 min aufgenommen. As_4 -BEP = 5×10^{-6} Torr.

Wachstumsrate R beträgt während des Pufferschichtwachstums $R_{\text{GaAs}} = 0.03 \text{ ML s}^{-1}$. Die entsprechenden Zelltemperaturen der Ga- bzw. As-Zelle sind $T_{\text{Ga}} = 850^\circ\text{C}$ und $T_{\text{As}} = 260^\circ\text{C}$. Die GaAs(001)-Oberfläche liegt unter diesen Bedingungen in einer (2×4) -Rekonstruktion vor, die durch RHEED- und RDS-Messungen kontrolliert wird. Eine nachfolgende Abkühlung des Substrates auf 250°C führt zu einer Änderung der Rekonstruktion in eine $c(4 \times 4)$ -Struktur. Die Zeitspanne des Abkühlens von 550°C auf 250°C sollte nicht weniger als 20 min betragen, damit die Oberfläche den Gleichgewichtszustand annehmen kann. Der in Abb. 2.8 dargestellte charakteristische Unterschied des RDS-Spektrums zwischen der (2×4) - und $c(4 \times 4)$ -Rekonstruktion bei einer Photonenenergie von 2.6 eV

Nach der Oxiddesorption des GaAs-Substrates in der Wachstumskammer wird eine 100 nm dicke Pufferschicht aus GaAs aufgebracht. Diese Pufferschicht sichert eine saubere und atomar glatte Oberfläche sowie einen stets identischen Ausgangszustand. Die Pufferschicht wird bei einer Substrattemperatur von $T_s = 550^\circ\text{C}$ und mit einem As_4/Ga -BEP-Verhältnis von 10 abgeschieden. Die

wird genutzt, um das Abkühlen zu verfolgen. In Abb. 3.1 ist diese zeitabhängige Messung während des Abkühlens gezeigt¹. Bei einer Substrattemperatur von $T_s \sim 450^\circ\text{C}$ ist der Übergang zur $c(4 \times 4)$ -Rekonstruktion vollzogen, sichtbar durch die geringe Änderung des Signals. Die As-Blende kann dann geschlossen werden.

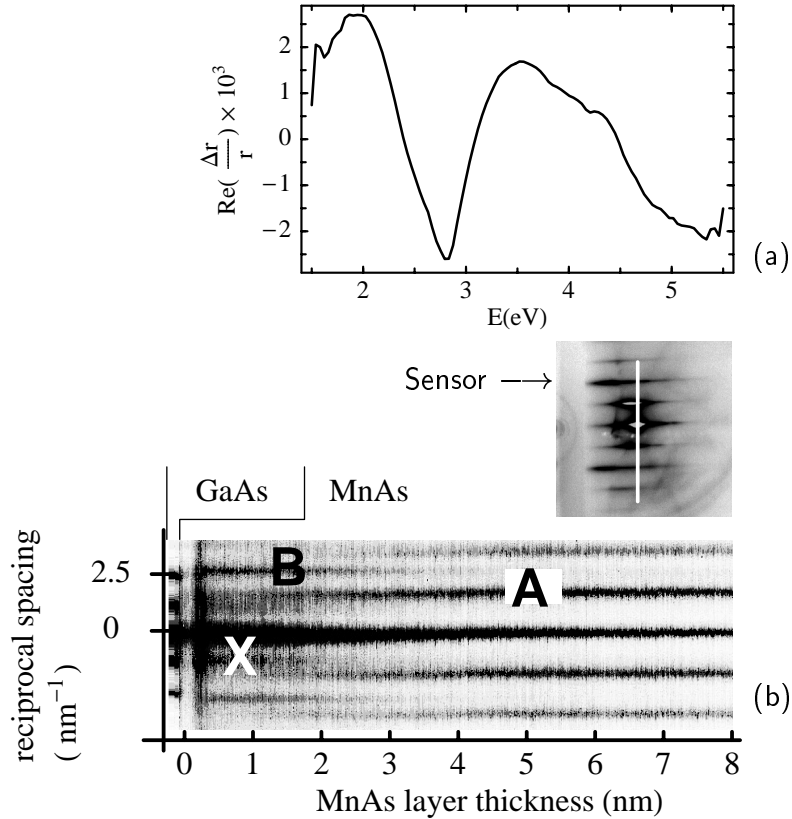


Abb. 3.2 RHEED-Echtzeit-Untersuchung während des Wachstums von MnAs bei $T_s = 250^\circ\text{C}$ auf einer GaAs(001)- $c(4 \times 4)$ -Ausgangsoberfläche. Im GaAs[110]-Azimut zeichnet ein Sensor die Intensität entlang der weißen Linie als Funktion der MnAs-Schichtdicke auf. Aus der Aneinanderreihung in (b) entsteht ein Linienscan. In (a) ist das unmittelbar vor dem Wachstum gemessene RDS-Spektrum gezeigt.

Liegt die GaAs-Oberfläche in der $c(4 \times 4)$ -Rekonstruktion vor, kann mit dem Abscheiden von MnAs begonnen werden. In dem hier vorgestellten Fall wurde vor dem MnAs-Wachstum auf einer GaAs(001)- $c(4 \times 4)$ -Oberfläche ein RDS-Spektrum aufgenommen [Abb. 3.2(a)]. Die Keimbildung und das Wachstum von MnAs auf GaAs(001)- $c(4 \times 4)$ wurden in Echtzeit im RHEED-Diagramm des GaAs[110]-Azimuts untersucht. Das Intensitätsprofil wurde entlang einer Linie im [110]-Azimut des GaAs-RHEED-Diagramms in Zeitabständen von 0.04 s aufgezeichnet. Durch die anschließende Aneinanderreihung dieser Linienintensitäten

¹Probe: m1403

entsteht eine schichtdickenabhängige Messung des Intensitätsprofils im RHEED-Diagramm. Als Parameter für das MnAs-Wachstum wurden folgende Einstellungen gewählt:

$$\begin{aligned}
 \text{As}_4/\text{Mn-BEP Ver\ddot{a}ltnis} &= 90 \\
 R_{\text{MnAs}} &= 9 \text{ nm h}^{-1} \\
 T_s &= 250^\circ\text{C} \\
 T_{\text{As}} &= 260^\circ\text{C} \\
 T_{\text{Mn}} &= 550^\circ\text{C}.
 \end{aligned}$$

Die Analyse des im GaAs[110]-Azimut erhaltenen Linienscans [Abb. 3.2(b)] fñhrt zu drei wichtigen Ergebnissen:

1. Sofort nach dem Öffnen des Mn-Flusses verschwinden die GaAs-Reflexe, hervorgerufen durch den zufälligen Einbau der Mn-Atome.
2. Nach einer Abscheidung von ca. 0.3 nm MnAs (~ 1 ML MnAs) treten neue Reflexe auf. Die Abstände der Intensitätsmaxima (dunkel) korrespondieren zu folgenden Gitterabständen: 0.58 nm (A), 0.37 nm (B) und 0.84 nm (X).
3. Nach 3 nm MnAs-Schichtdicke dominieren die mit A gekennzeichneten Abstände das RHEED-Beugungsdiagramm.

Aus komplementären RHEED-Untersuchungen im GaAs[$\bar{1}10$]-Azimut folgt, daß die mit A gekennzeichneten Reflexe folgender epitaktischer Orientierung entsprechen:

$$\text{MnAs}(\bar{1}100) \parallel \text{GaAs}(001) \text{ und } \text{MnAs}[0001] \parallel \text{GaAs}[\bar{1}10]$$

Diese wird im nachfolgenden als **Orientierung A** bezeichnet. Die Reflexe, gekennzeichnet als Typ B, entsprechen der epitaktischen Beziehung: $\text{MnAs}(\bar{1}100) \parallel \text{GaAs}(001)$ und $\text{MnAs}[0001] \parallel \text{GaAs}[110]$ (Orientierung B). Diese Orientierung ist gegenüber A um 90° um die [001]-Achse des GaAs gedreht.

Die Kristallstruktur der epitaktischen MnAs-Schichten entspricht bei Wachstum dem hexagonalen NiAs-Typ (γ -MnAs) [39, 37]. Während des Abkühlens in der MBE-Anlage auf Raumtemperatur werden noch zwei weitere Phasenübergänge durchlaufen. Bei 125°C ändert sich die Struktur von hexagonal zu orthorhombisch (β -MnAs) und unterhalb der Curie-Temperatur von 43°C tritt wieder die hexagonale NiAs-Struktur auf (α -MnAs). Auf diese Phasenübergänge, speziell den Übergang α -MnAs \rightarrow β -MnAs, wird in Kapitel 6 im Detail eingegangen.

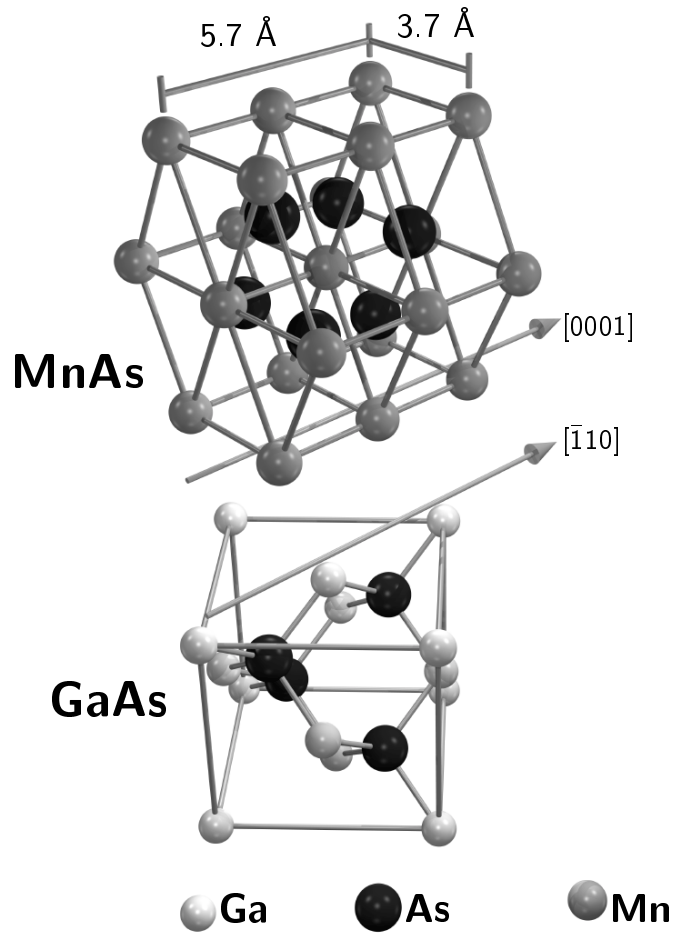


Abb. 3.3 Veranschaulichung der epitaktischen Beziehung (Orientierung A) zwischen MnAs($\bar{1}100$) und GaAs(001). Die MnAs(1×1)-Elementarmasche hat die Abmessungen $5.7\text{ \AA} \times 3.7\text{ \AA}$.

Die epitaktische Beziehung (Orientierung A) zwischen MnAs und GaAs ist in Abb. 3.3 im Modell dargestellt. Tanaka et. al stellte bei ähnlichen Experimenten ebenfalls eine Koexistenz zweier epitaktischer Orientierungen fest, jedoch trat zusätzlich zur 90° -Drehung für Orientierung B eine Verkipfung auf, so daß die Wachstumsebene parallel zu MnAs($\bar{1}101$) liegt [35, 68]. Diese zusätzliche Verkipfung wurde in der hier vorliegenden Arbeit nicht beobachtet. Die mit X bezeichneten Reflexe im Beugungsdiagramm werden durch die Bindungsdehnung der GaAs(001)- $c(4\times 4)$ -Masche infolge des Mn-Einbaus erklärt und verschwinden nach einer Dicke von ca. 2 nm. Daraus läßt sich ableiten, daß ca. 7 ML MnAs das GaAs-Substrat vollständig bedecken.

Für ein genaueres Verständnis der Strukturbildung an der Grenzfläche wurden zwei zusätzliche Ausgangsoberflächen des GaAs untersucht. Die GaAs(001)- $d(4\times 4)$ -Oberfläche weist eine höhere As-Bedeckung als die $c(4\times 4)$ -rekonstruierte GaAs(001)-Oberfläche auf, was zu einer Fehlordnung (d-distorted) führt. Beide

Oberflächen können anhand ihrer RDS-Spektren klar unterschieden werden. Die abfallende Schulter des RDS-Spektrums der $c(4 \times 4)$ -Oberfläche bei $E \sim 4$ eV [Abb. 3.2(a)] wird zu einem ausgeprägten Peak im Spektrum der $d(4 \times 4)$ -rekonstruierten Oberfläche [Abb. 3.4(a)].

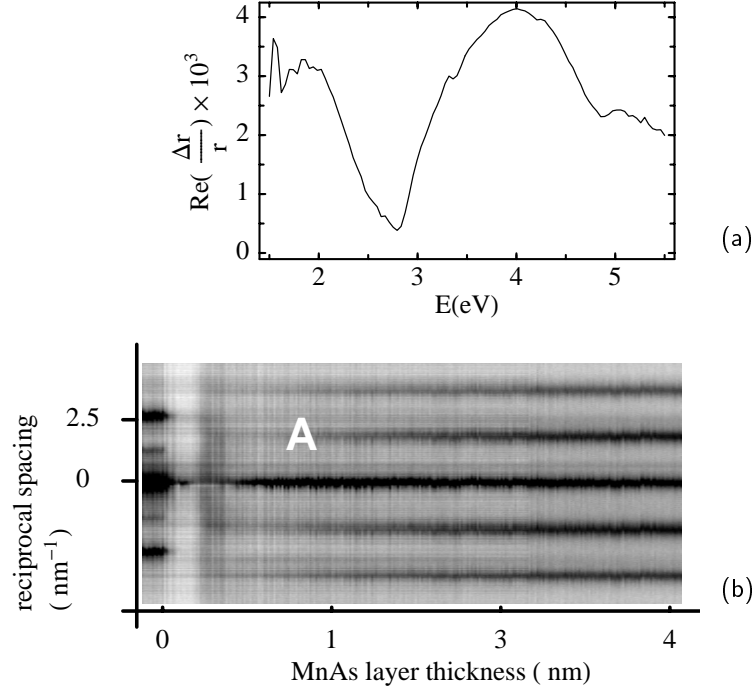


Abb. 3.4 Resultat einer RHEED-Untersuchung (b) im GaAs[110]-Azimut während des MnAs-Wachstums auf einer $d(4 \times 4)$ -rekonstruierten Ausgangsoberfläche. (a) zeigt das unmittelbar vor dem Wachstum gemessene RDS-Spektrum. Die angewandte Sensorposition entspricht der in Abb. 3.2 gezeigten. Wachstumsbedingungen: $R_{\text{MnAs}} = 5 \text{ nm h}^{-1}$ und $T_s = 250^\circ\text{C}$.

Die Keimbildung während des Wachstums auf der $d(4 \times 4)$ -Oberfläche des GaAs wurde ebenfalls mittels RHEED-Linienscans im GaAs[110]-Azimut analysiert. Das entsprechende Resultat in Abb. 3.4(b) zeigt, daß auf einer $d(4 \times 4)$ -Oberfläche in Verbindung mit einer geringeren Wachstumsrate ausschließlich die Orientierung A entsteht.

Die Auswirkungen einer weniger As-reichen Oberfläche auf das MnAs-Wachstum wurde unter Verwendung einer (2×4) -rekonstruierten GaAs(001)-Struktur untersucht. Im Gegensatz zu der $c(4 \times 4)$ - und $d(4 \times 4)$ -Rekonstruktion ist die (2×4) -Rekonstruktion mit einer einfachen As-ML bedeckt (siehe Abb. 2.8 und [55]). Das RDS-Spektrum der (2×4) -Rekonstruktion ist durch einen positiven Peak bei 2.6 eV charakterisiert [siehe Abb. 3.5(a)]. Der RHEED-Linienscan in Abb. 3.5(b) läßt die Schlußfolgerung zu, daß eine weniger As-reiche GaAs(001)-Oberfläche mit (2×4) -Rekonstruktion die Koexistenz von A- und B-Orientierung bis fast 7 nm Schichtdicke begünstigt. Somit kann durch die Einstellung der Nukleationsbedingungen die Strukturbildung an der Grenzfläche kontrolliert werden.

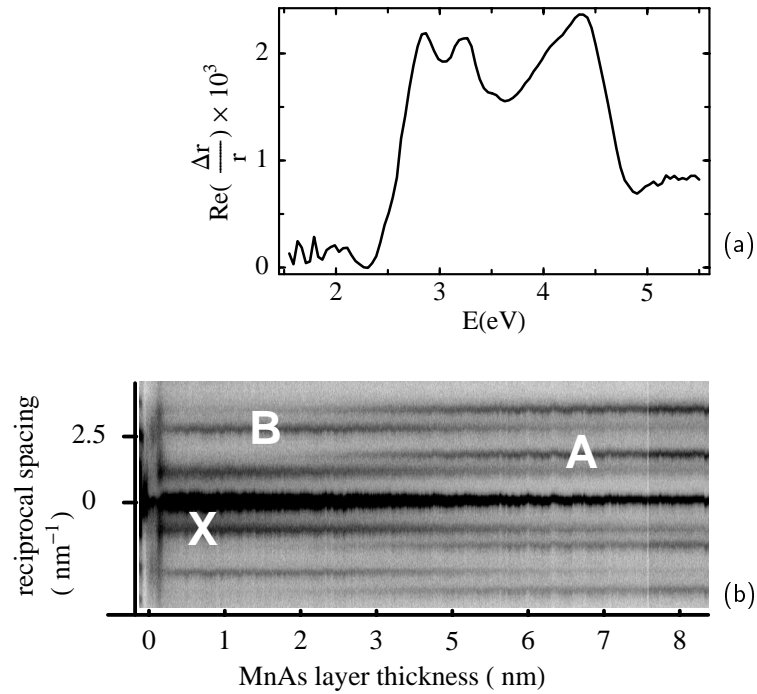


Abb. 3.5 Ergebnis einer RHEED-Untersuchung (b) der MnAs-Schichtentwicklung im GaAs[110]-Azimut. Die GaAs-Ausgangsoberfläche ist hier (2×4) -rekonstruiert, wie das RDS-Spektrum in (a) zeigt, Sensorposition analog zu Abb. 3.2. Eingestellte Wachstumsbedingungen: $R_{\text{MnAs}} = 20 \text{ nm h}^{-1}$ und $T_s = 250^\circ\text{C}$.

3.2 Rekonstruktionen der Wachstumsoberfläche

Die Analyse der Rekonstruktionen liefert wichtige Informationen über die Oberflächenstruktur und erlaubt Rückschlüsse auf eine optimale Herstellung von MnAs.

Die Kontrolle der Rekonstruktionen erweist sich insbesondere bei der Herstellung von Heterostrukturen als wesentlich. Für MnAs/GaAs/MnAs-Dreifachschichten auf GaAs(111)B wurde beispielsweise gezeigt, daß GaAs einkristallin auf der As-reichen MnAs(0001)-(3×2)-Oberfläche wächst, jedoch polykristallin auf der MnAs(0001)-(2×2)-Oberfläche [45].

3.2.1 Rekonstruktionen der statischen Oberfläche

Nach erfolgtem Wachstum einer MnAs-Schicht erfolgte durch Tempern die Glättung der Oberfläche. Auf einer derartigen Oberfläche ist es möglich, systematische Untersuchungen der Rekonstruktionen der MnAs($\bar{1}100$)-Oberfläche vorzunehmen.

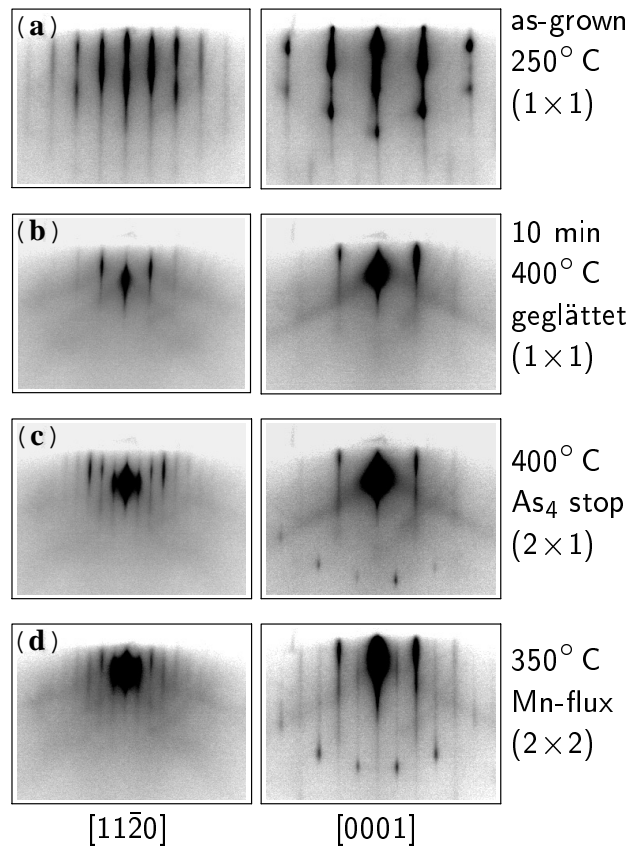


Abb. 3.6 RHEED-Diagramme für verschiedene Rekonstruktionen der MnAs($\bar{1}100$)-Oberfläche.

- (a) (1×1)-Struktur der as-grown-Oberfläche
- (b) (1×1)-Struktur nach einer zehnmütigen Temperung bei 400°C unter einem As₄-BEP von 5×10^{-6} Torr
- (c) (2×1)-Rekonstruktion bei 400°C nach Unterbrechung des As₄-Flusses
- (d) (2×2)-Rekonstruktion nach Abscheidung von Mn bei 350°C mit unterbrochenem As₄-Fluß.

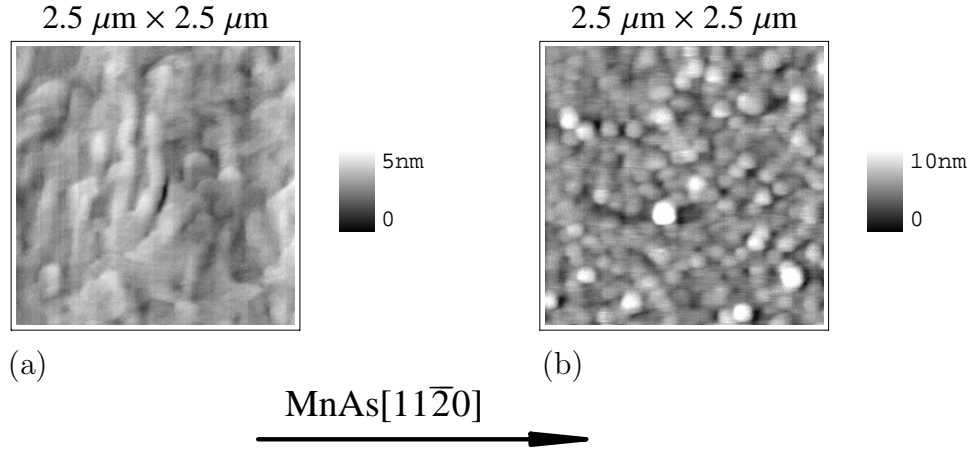


Abb. 3.7 AFM-Aufzeichnungen von $\text{MnAs}(\bar{1}100)$ -Oberflächen, (a) zeigt die as-grown-Oberfläche mit einer rms-Rauhigkeit von 15 \AA . (b) zeigt eine Oberfläche nach einer Temperung bei 400°C , mit einer verringerten rms-Rauhigkeit von 5.5 \AA .

Als Ausgangsoberfläche wurde eine 50 nm dicke MnAs -Schicht gewählt. Die Herstellung dieser Schicht erfolgte bei einer Substrattemperatur von $T_s = 250^\circ\text{C}$ und unter einem As_4/Mn -BEP-Verhältnis von 90. Abbildung 3.6(a) zeigt die RHEED-Beugungsdiagramme der as-grown-Schicht nach dem Schließen der Mn-Blende bei geöffneter As-Blende. Die Abstände im $[11\bar{2}0]$ - und $[0001]$ -Azimut korrespondieren zu einer Flächeneinheitsmasche von $(5.8 \pm 0.1) \text{ \AA}$ bzw. $(3.8 \pm 0.1) \text{ \AA}$. Diese wird im folgenden als (1×1) -Struktur bezeichnet und ist in Abb. 3.3 eingezeichnet. Die RHEED-Diagramme in Abb. 3.6(a) und (b) belegen eine signifikante Verbesserung der Oberflächenmorphologie durch die Temperung. Die thermische Nachbehandlung der Probe wurde bei $T_s = 400^\circ\text{C}$ in einem Zeitraum von 10 min durchgeführt.

AFM-Untersuchungen einer as-grown-Probe und einer bei 400°C getemperten Probe untermauern die RHEED-Beobachtungen. Die vergleichenden Messungen beider Proben sind in Abb. 3.7(a) und (b) gezeigt. Die Gegenüberstellung der Topographie erfolgte auf einer lateralen Skala von $2.5 \mu\text{m} \times 2.5 \mu\text{m}$. Die rms-Rauhigkeit der as-grown-Oberfläche wird durch das Tempern von 14 \AA auf 5.5 \AA reduziert. Die thermische Nachbehandlung erweist sich als effektiver als die von anderen Autoren vorgeschlagene Behandlung von MnAs -Schichten mit atomarem Wasserstoff [69]. Zusätzlich ist das experimentelle Verfahren erheblich einfacher. Durch das Tempern wird die (1×1) -Struktur deutlich geordneter. Die durch Spitzen [Abb. 3.7(a)] hervorgerufene Durchstrahlungsreflexe verschwinden völlig. Eine Unterbrechung des As_4 -Flusses bei $T_s = 400^\circ\text{C}$ resultiert in einer (2×1) -Struktur [Abb. 3.6(c)], die sich sofort nach erneutem As_4 -Fluß wieder in die (1×1) -Rekonstruktion umwandelt.

Bei niedrigeren Substrattemperaturen erfolgt der Übergang $(1 \times 1) \rightarrow (2 \times 1)$ zeit-

verzögert. Diese Verzögerung basiert auf den As_4 -Hintergrunddruck in der Wachstumskammer. Bei $T_s = 350^\circ\text{C}$ werden nach ca. 2 min schwache $\frac{1}{2}$ -Reflexe beobachtet, da die As-Desorption von der Probenoberfläche bei der niedrigeren Temperatur langsamer erfolgt. Der umgekehrte Prozeß, der Übergang $(2\times 1) \rightarrow (1\times 1)$, erfolgt auch bei niedrigeren Temperaturen abrupt. Dieses Verhalten ist durch die sofortige Adsorption von As auf der MnAs-Oberfläche zu erklären. Wird eine (2×1) -rekonstruierte Oberfläche dem Mn-Fluß ausgesetzt, ändert sich die Oberfläche in eine (2×2) -Rekonstruktion. Das Auftreten der $\frac{1}{2}$ -Reflexe im MnAs[0001]-Azimut erfolgt innerhalb von 10 s bei $T_s = 350^\circ\text{C}$ und in 45 s bei $T_s = 325^\circ\text{C}$.

3.2.2 Rekonstruktionen während des Wachstums

Im folgenden werden die Ergebnisse einer systematischen Untersuchung der Rekonstruktionen der MnAs($\bar{1}100$)-Oberfläche während des Wachstumsprozesses in Abhängigkeit von den Wachstumsbedingungen dargestellt. Als Ausgangsoberfläche diente eine 30 nm dicke, bei $T_s = 250^\circ\text{C}$ hergestellte MnAs-Schicht.

Die Erfassung der Oberflächenrekonstruktionen fand in einem Bereich der Substrattemperatur von 250°C bis 600°C und innerhalb eines As_4/Mn -BEP-Verhältnisses zwischen 80 und 480 statt. Als Startpunkt für die Untersuchung des gesamten Parameterbereiches wurde $T_s = 250^\circ\text{C}$ und ein As_4/Mn -BEP-Verhältnis von 480 gewählt. Unter typischen Wachstumsbedingungen liegt die MnAs($\bar{1}100$)-Oberfläche in einer (1×2) -Rekonstruktion vor. Entsprechende RHEED-Diagramme sind in Abb. 3.8(a) gezeigt. Diese Rekonstruktion wird bei einem As_4 -BEP von 7.2×10^{-6} Torr bis 350°C bzw. bei einem As_4 -BEP von 1.5×10^{-8} Torr bis 330°C beobachtet.

Bei höheren Substrattemperaturen ändert sich die (1×2) -Rekonstruktion in eine (1×1) -Struktur, deren RHEED-Diagramme in Abb. 3.8(b) dargestellt sind. Die Änderung wird durch die teilweise As-Desorption von der Oberfläche hervorgerufen. Eine weitere Erhöhung der Substrattemperatur führt zu Mn-reichen MnAs($\bar{1}100$)-Oberflächen. In Abb. 3.8(c) sind die RHEED-Diagramme der (2×1) -Rekonstruktion zu sehen. Durch weiteres Erhöhen der Temperatur erhält man eine (4×1) -Struktur [Abb. 3.8(d)]. Die Intensität der im $[11\bar{2}0]$ -Azimut beobachteten $\frac{1}{4}$ -Reflexe nimmt mit der Temperatur graduell zu, während bei den anderen Übergängen eine abrupte Intensitätsänderung zu beobachten ist. Dies läßt auf eine Koexistenz von (2×1) - und (4×1) -Bereichen schließen. Der Übergangsbereich $(2\times 1) \rightarrow (4\times 1)$ wird im folgenden als “weak (4×1) ” bezeichnet und erstreckt sich über einen Temperaturbereich von 10 Grad.

Zusammenfassend lassen sich 4 Typen von Rekonstruktionen der MnAs($\bar{1}100$)-Oberfläche unterscheiden:

1. As-reiche (1×2) -Struktur
2. Übergangsbereich mit (1×1) -Rekonstruktion
3. Mn-reiche (1×2) -Struktur
4. Mn-reiche (4×1) -Struktur

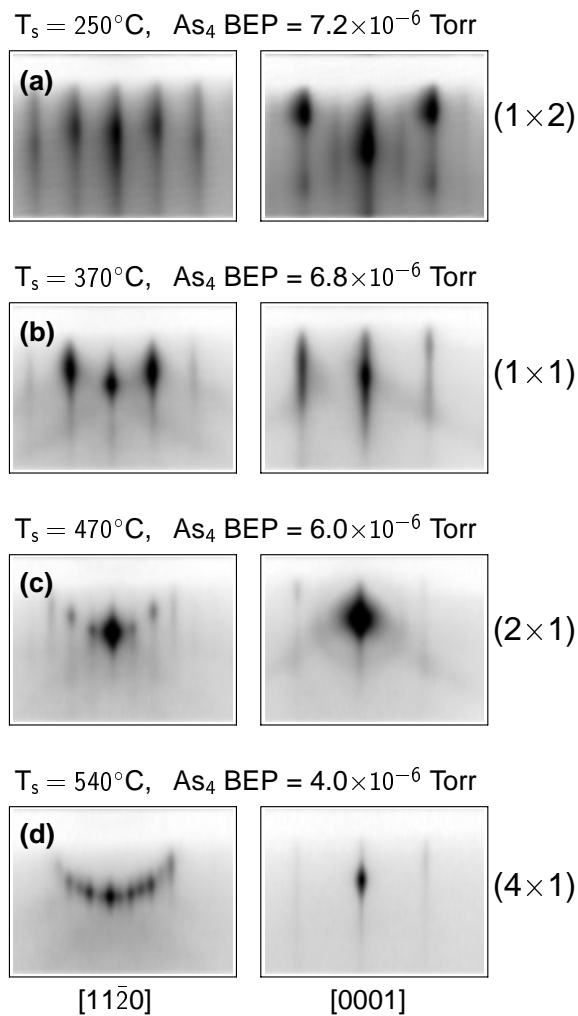


Abb. 3.8 RHEED-Diagramme der $\text{MnAs}(\bar{1}100)$ -Oberfläche während des Wachstums von MnAs auf $\text{GaAs}(001)$ im $[11\bar{2}0]$ - und $[0001]$ -Azimut.

- (a) (1×2) Struktur unter typischen Wachstumsbedingungen
 (b) (1×1) -Struktur bei 370°C
 (c) Mn-reiche (2×1) -rekonstruierte Oberfläche bei 470°C
 (d) Mn-reiche (4×1) -rekonstruierte Oberfläche bei 540°C .

Höhere Substrattemperaturen als 580°C (600°C) bei einem As_4/Mn -BEP-Verhält-

nis von 80(480) resultieren in Oberflächen mit zu hohem Mn-Gehalt. Die Wachstumsfläche beginnt aufzurauen. Abbildung 3.9 zeigt das Oberflächen-Phasendiagramm des $\text{MnAs}(\bar{1}100)$ -Wachstums auf $\text{GaAs}(001)$ und beinhaltet Ergebnisse aus über 600 einzelnen RHEED-Diagrammen. Das Oberflächen-Phasendiagramm zeigt die Abhängigkeit der auftretenden Rekonstruktionen von den Wachstumsbedingungen. Sowohl die Substrattemperatur bei einem konstanten As_4/Mn -BEP-Verhältnis als auch das As_4/Mn -BEP-Verhältnis bei konstanter Substrattemperatur wurden variiert [70]. Die Wachstumsrate für die gesamte Untersuchung betrug $R_{\text{MnAs}} = 10 \text{ nm h}^{-1}$. Hystereseeffekte wurden innerhalb der Meßgenauigkeit für Substrattemperatur und As_4 -BEP nicht beobachtet. Die Änderung der Rekonstruktion erfolgte innerhalb weniger Sekunden.

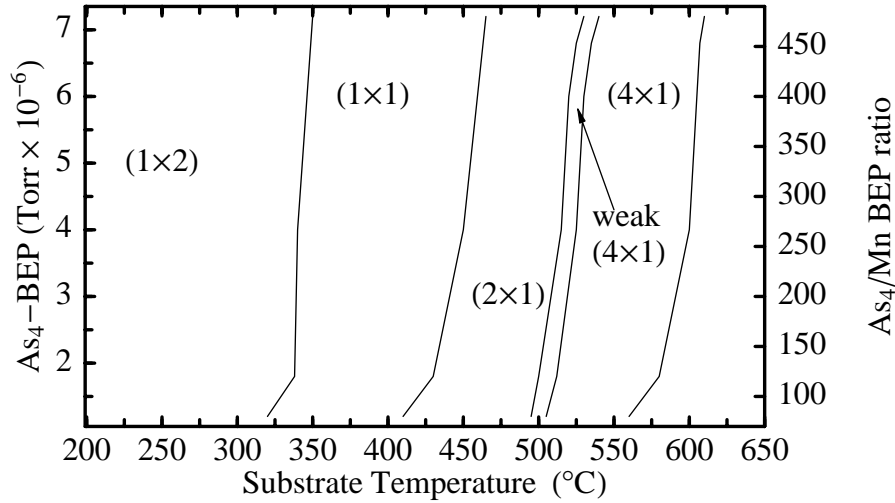


Abb. 3.9 Oberflächen-Phasendiagramm des $\text{MnAs}(\bar{1}100)$ -Wachstums auf $\text{GaAs}(001)$, erhalten aus über 600 RHEED-Diagrammen im $\text{MnAs}[11\bar{2}0]$ - und $\text{MnAs}[0001]$ -Azimut. Die Oberflächenrekonstruktionen wurden als Funktion der Substrattemperatur und des As_4/Mn -BEP-Verhältnisses untersucht. Während der gesamten Analyse betrug die Wachstumsrate $R_{\text{MnAs}} = 10 \text{ nm h}^{-1}$.

RHEED-Oszillationen

Intensitätsoszillationen ausgewählter Reflexe im RHEED-Diagramm während des Wachstums werden als RHEED-Oszillationen bezeichnet. Seit der experimentellen Beobachtung sind RHEED-Oszillationen intensiv studiert worden [71, 72]. Die periodische Änderung wird mit der Wachstumsrate derart in Verbindung gebracht, daß eine RHEED-Oszillationsperiode einer abgeschiedenen Monolage entspricht [73]. Die Untersuchung von RHEED-Oszillationen während des $\text{MnAs}(\bar{1}100)$ -Wachstums erfolgte auf einer 30 nm dicken Schicht, die zuvor durch Tempern geglättet wurde.

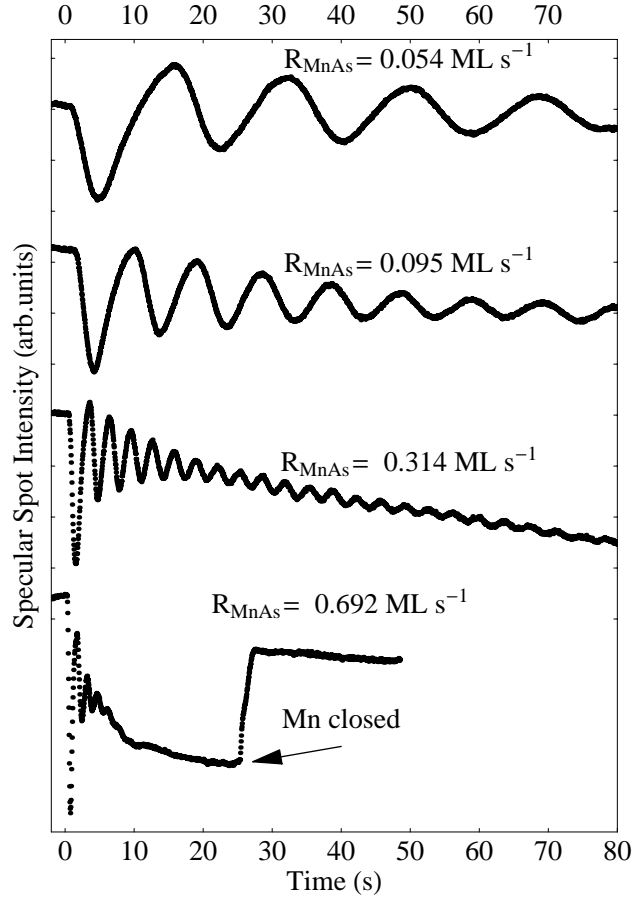


Abb. 3.10 RHEED-Oszillationen des spiegelnden Reflexes im MnAs[11 $\bar{2}$ 0]-Azimut für verschiedene Wachstumsraten R_{MnAs} . Die Oszillationen wurden nach zweiminütiger Temperung bei 300°C und einer Substrattemperatur von 260°C aufgezeichnet. Bei $t = 0$ wurde die Probe dem Mn-Fluß ausgesetzt.

In Abb. 3.10 sind RHEED-Oszillationen des spiegelnden Reflexes für verschiedene Wachstumsraten dargestellt. Eine Periode der Oszillationen entspricht einer abgeschiedenen Monolage. Die Resultate in Abb. 3.10 wurden gleichzeitig zur Kalibrierung des Mn-Flusses herangezogen. Damit steht ein Mittel zur Verfügung, die Schichtdicke während des Wachstums exakt zu kontrollieren. Die hier vorgestellten Ergebnisse und der Nachweis der RHEED-Oszillationen während des MnAs-Wachstums auf GaAs(001) belegen die hohe Schichtqualität der MnAs-Schichten.

★ ★ ★

4. Strukturelle Eigenschaften epitaktischer MnAs-Schichten

Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) und Röntgenbeugung wurden zur Charakterisierung der strukturellen Eigenschaften von MnAs-Schichten auf GaAs eingesetzt. Röntgenmessungen werden später in Kapitel 6 bei der Untersuchung von Phasenübergängen diskutiert.

Das GaAs/MnAs-System hat aufgrund der sehr unterschiedlichen chemischen, strukturellen und elektronischen Eigenschaften beider Materialien Modellcharakter und bietet damit die Möglichkeit, generelle Phänomene der Heteroepitaxie zu studieren. Durch die sehr unterschiedlichen Kristallstrukturen, hexagonales MnAs auf kubischem GaAs, ist eine komplexe Grenzfläche zu erwarten. Die genaue Kenntnis der atomaren Struktur an der Grenze ist eine wesentliche Voraussetzung für das Verständnis der epitaktischen Ausrichtung. Die Grenzflächenstruktur entscheidet aber auch über die Mechanismen des Spannungsabbaus und somit über die resultierende Defektstruktur der Schicht.

In MnAs tritt ein Phasenübergang bei einer Curie-Temperatur von 43°C auf. Die magnetische Ordnung ändert sich beim Erwärmen von ferromagnetisch in paramagnetisch. Die Phasenumwandlung ist mit einer großen Volumenänderung von 2% verbunden [38]. Diese Volumenänderung führt in den epitaktischen Schichten zu Spannungen, die sich mit den möglichen elastischen Fehlanpassungsverspannungen überlagern können. Restspannungen in dünnen Schichten beeinflussen wiederum die magnetischen Eigenschaften, wie die Lage der Curie-Temperatur oder den Betrag der Magnetisierung.

Nach einer kurzen Darstellung der Probenpräparation und der verwendeten TEM-Abbildungsmethoden folgt eine Diskussion der strukturellen Eigenschaften von epitaktischen MnAs-Schichten. Am Ende des Kapitels werden die Resultate der Grenzflächenuntersuchung präsentiert.

4.1 Probenpräparation und Abbildungsmethoden

Die TEM-Untersuchungen wurden an einer Reihe von MnAs/GaAs-Heterostrukturen verschiedener MnAs-Schichtdicken durchgeführt. Die Schichten wurden durch mechanisches Schleifen und Ar⁺-Ionensputtern zu dünnen, für die Elektronen

transparente, Folien präpariert. Die hier vorgestellten Resultate wurden mit Mikroskopen der Firma Jeol (JEM 4000FX und JEM 3010) erhalten, die mit einer Beschleunigungsspannung von 400 kV bzw. 300 kV betrieben werden. Die Strukturuntersuchung der MnAs-Schichten erfolgte durch drei Verfahren:

1. konventionelle TEM für Querschnittsaufnahmen entlang der $[0001]$ - und $[11\bar{2}0]$ -Richtung des MnAs bzw. für Aufsichtsaufnahmen entlang der Wachstumsrichtung, d. h. parallel zu $\text{MnAs}[\bar{1}100]$,
2. Feinbereichselektronenbeugung (selected area diffraction, SAD) entlang $[\bar{1}100]$, $[0001]$ und $[11\bar{2}0]$,
3. hochauflösende TEM (HRTEM)-Untersuchungen der Grenzfläche entlang der beiden senkrechten $\text{MnAs}[\bar{1}1\bar{2}0]$ und $\text{MnAs}[0001]$ -Richtungen.

Für die Untersuchung wurden jeweils zwei Teile einer Probe mit den MnAs-Schichtseiten zueinander, kristallographisch um 90° verdreht, zusammengeklebt. Als Klebstoff kam der Zweikomponentenkleber G1 (Hersteller: Gatan) zum Einsatz. Die Aushärtung erfolgte nach dem Mischen der beiden Komponenten innerhalb von 15 min bei einer Temperatur von 100°C .

4.2 Resultate der TEM-Untersuchungen

Die TEM-Querschnitt-Hellfeldaufnahme einer 100 nm dicken MnAs-Schicht in Abb. 4.1 zeigt eine scharfe Grenzfläche. Der gleichmäßige Kontrast in Substrat und Schicht lassen auf eine homogene Schichtstruktur schließen.

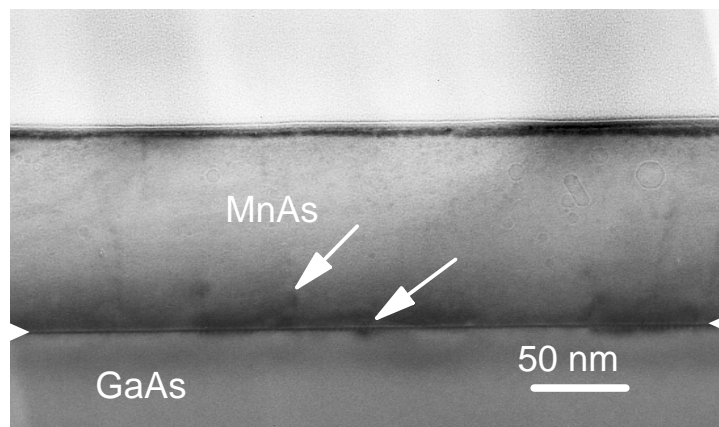


Abb. 4.1 Querschnitt-Hellfeldaufnahme einer 100 nm dicken MnAs-Schicht.

Es gibt keine Hinweise auf eine polykristalline und mehrphasige Struktur, die man für Bereiche unterschiedlicher Orientierungen oder Phasen erwarten würde.

An der Grenzfläche und in der epitaktischen Schicht sind einige Versetzungen sichtbar, die später im Detail diskutiert werden. Zwei dieser Versetzungen sind in Abb. 4.1 durch weiße Pfeile markiert.

4.2.1 Feinbereichselektronenbeugung

Mittels SAD-Untersuchungen mit dem einfallenden Elektronenstrahl entlang der Wachstumsrichtung $\text{MnAs}[\bar{1}100]$ bzw. entlang $\text{MnAs}[11\bar{2}0]$ wurde die epitaktische Orientierung zwischen MnAs und $\text{GaAs}(001)$ bestimmt. Abbildung 4.2(a) zeigt einen Ausschnitt einer Aufsicht-SAD-Aufnahme entlang der Wachstumsrichtung. Die $\text{MnAs}(\bar{1}100)$ -Einheitsmasche ist durch gestrichelte Linien gezeigt. Aus der Anordnung der Reflexe ist die anisotrope Gitterfehlpassung zwischen MnAs und GaAs (durchgezogene Linien) deutlich sichtbar. Die erhaltenen Resultate zur epitaktischen Orientierung bestätigen die Ergebnisse aus den *in-situ*-RHEED-Untersuchungen.

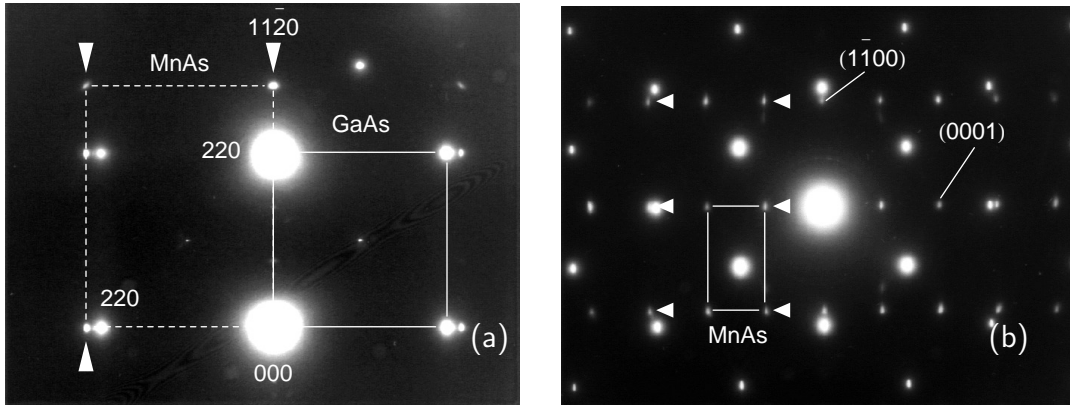


Abb. 4.2 (a) SAD-Aufnahme einer Aufsichtprobe, die Einfallsrichtung des Elektronenstrahls ist parallel zu $\text{MnAs}[\bar{1}100]$. (b) SAD-Aufnahme einer Querschnittsprobe, Elektronenstrahl parallel zu $\text{MnAs}[11\bar{2}0]$.

Mit diesen Kenntnissen kann die Gitterfehlpassung f zwischen MnAs und GaAs berechnet werden, die durch folgende Beziehung definiert wird:

$$f = \frac{d_{\text{MnAs}} - d_{\text{GaAs}}}{d_{\text{GaAs}}} \quad (4.1)$$

Unter Verwendung der Literaturwerte:

$$\begin{aligned} d_{\text{MnAs}\{0002\}} &= 0.2855 \text{ nm [74]} \\ d_{\text{MnAs}\{11\bar{2}0\}} &= 0.372 \text{ nm [74]} \\ d_{\text{GaAs}\{110\}} &= 0.39974 \text{ nm [75]} \end{aligned}$$

ergeben sich für f entlang der MnAs[11 $\bar{2}$ 0]- und MnAs[0001]-Richtung folgende Werte:

$$f_{[0001]} = \frac{d_{\text{MnAs}\{0002\}} - d_{\text{GaAs}\{110\}}}{d_{\text{GaAs}\{110\}}} = -28.58 \% \quad (4.2)$$

$$f_{[11\bar{2}0]} = \frac{d_{\text{MnAs}\{11\bar{2}0\}} - d_{\text{GaAs}\{110\}}}{d_{\text{GaAs}\{110\}}} = -6.94 \% \quad (4.3)$$

Daraus folgt, daß f stark von der Richtung in der Grenzfläche abhängt. Der Gitterfehlpassung $f_{[0001]}$ wurden die MnAs{0002}-Netzebenenabstände zugrunde gelegt. Die Gitterparameter der hergestellten MnAs-Schichten wurden durch Ausmessen der Abstände zwischen den Beugungsreflexen in den SAD-Aufnahmen bestimmt. Zur Kalibrierung dienen die Abstände der GaAs-Beugungspunkte mit einer Gitterkonstante von:

$$a_{\text{GaAs}} = 0.565325 \text{ nm [75]}.$$

Aus Abb. 4.2(b) ergibt sich unter Benutzung des MnAs(0004)-Reflexes für die Gitterkonstante c ein Wert von:

$$c_{\text{MnAs}} = (0.570 \pm 0.004) \text{ nm}.$$

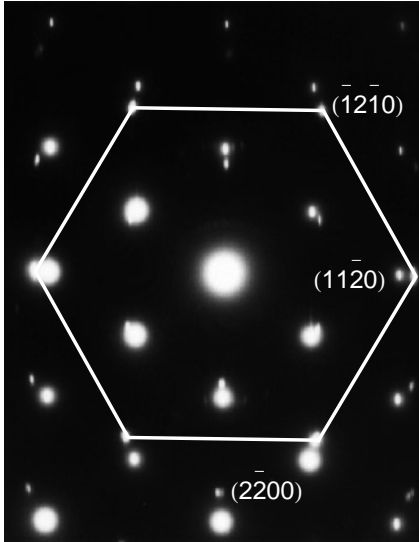


Abb. 4.3 Querschnitt-SAD-Aufnahme mit einfallendem Elektronenstrahl entlang MnAs[0001], deutlich ist die hexagonale Struktur zu erkennen.

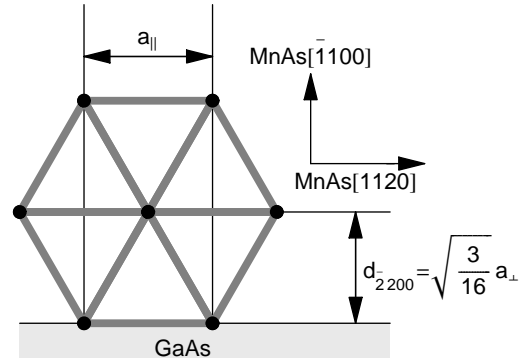


Abb. 4.4 Lage der Netzebenen im Realraum zu Abb. 4.3. Die c -Achse zeigt in die Zeichenebene.

Dieser Wert für c_{MnAs} stimmt innerhalb der Fehlergrenzen mit dem in der Literatur gegebenen Wert für Volumenmaterial überein [74]. Daraus kann man schließen, daß entlang der MnAs[0001]-Richtung *keine* Restspannung vorliegt.

Die SAD-Aufnahme mit einfallendem Elektronenstrahl entlang der c -Achse in Abb. 4.3 zeigt die hexagonale Symmetrie des MnAs. Dabei ist zu beachten, daß die $\langle 110 \rangle$ -Zonenachsen des GaAs-Substrates keine hexagonale Symmetrie besitzen. Durch diese SAD-Aufnahme wurden die Netzebenenabstände parallel bzw. senkrecht zur Grenzfläche bestimmt. Die Abstände der Netzebenen senkrecht zur Grenzfläche sind gleich der Gitterkonstante a_{\parallel} entlang MnAs[11 $\bar{2}$ 0], wie in Abb. 4.4 verdeutlicht. Aus den Netzebenenabständen parallel zur Grenzfläche d_{2200} wird a_{\perp} nach folgender Gleichung bestimmt:

$$\frac{1}{d_{2200}^2} = \frac{4}{3 a_{\perp}^2} (h^2 + hk + k^2) + \frac{l^2}{c^2}$$

$$a_{\perp} = \sqrt{\frac{16}{3}} d_{2200}$$

Das führt zu folgenden Resultaten für a_{\perp} und a_{\parallel} :

$$a_{\perp} = (0.379 \pm 0.004) \text{ nm}$$

$$a_{\parallel} = (0.369 \pm 0.004) \text{ nm}$$

d. h. $a_{\parallel} < a_{\perp}$

Daraus folgt, daß entlang der Richtung parallel zur Grenzfläche eine Druckspannung auftritt, die das Hexagon staucht. Die MnAs[0001]-Richtung ist dagegen spannungsfrei. Dieses wichtige Ergebnis zeigt, daß in MnAs-Schichten auf GaAs eine *anisotrope Restspannung* vorliegt. Die Ursache für diese anisotrope Restspannung wird im folgenden durch die Grenzflächenstruktur erklärt.

4.2.2 Untersuchungen der Grenzfläche GaAs/MnAs

Epitaktische Grenzflächen zwischen zwei unterschiedlichen Materialien lassen sich wie folgt kategorisieren:

Typ1: Grenzflächen mit niedriger Fehlpassung und

Typ2: Grenzflächen mit hoher Fehlpassung.

Die Struktur dieser beiden Typen wird durch unterschiedliche Modelle beschrieben. Bei geringer Fehlpassung erfolgt das Wachstum zunächst in kohärenter Weise, das Gitter der Schicht paßt sich vollkommen dem Substratgitter an. Die dabei entstehenden Verspannungen werden ab einer bestimmten kritischen Schichtdicke

durch Versetzungen abgebaut. Die Grenzfläche wird als semikohärent bezeichnet. Ein Beispiel hierfür ist das (In, Ga)As/GaAs-System, in dem zwei Materialien gleicher Kristallsymmetrie kombiniert werden.

Bei Grenzflächen mit hoher Fehlpassung ist diese Beschreibung nicht mehr sinnvoll, da die kritische Schichtdicke unter einer Monolage liegen würde. Hier hat sich das Modell des Koinzidenzgitters als zweckmäßig erwiesen (Coincidence Site Lattice, CSL). Dieses Modell besagt, daß eine Grenzfläche energetisch günstig wird, wenn die beiden Gitter eine hohe Zahl von Koinzidenzpunkten aufweisen [76]. In einem Koinzidenzpunkt stimmen die Atompositionen beider Gitter überein. Für zwei kubische Gitter mit den Gitterkonstanten a_1 und a_2 gilt dann:

$$\frac{a_1}{a_2} = \frac{n}{m} \quad (4.4)$$

Dabei sind m und n ganze Zahlen. Falls diese Beziehung nicht exakt erfüllt wird, spricht man von einem Gitter mit fast exakter Koinzidenz (Near-CSL).

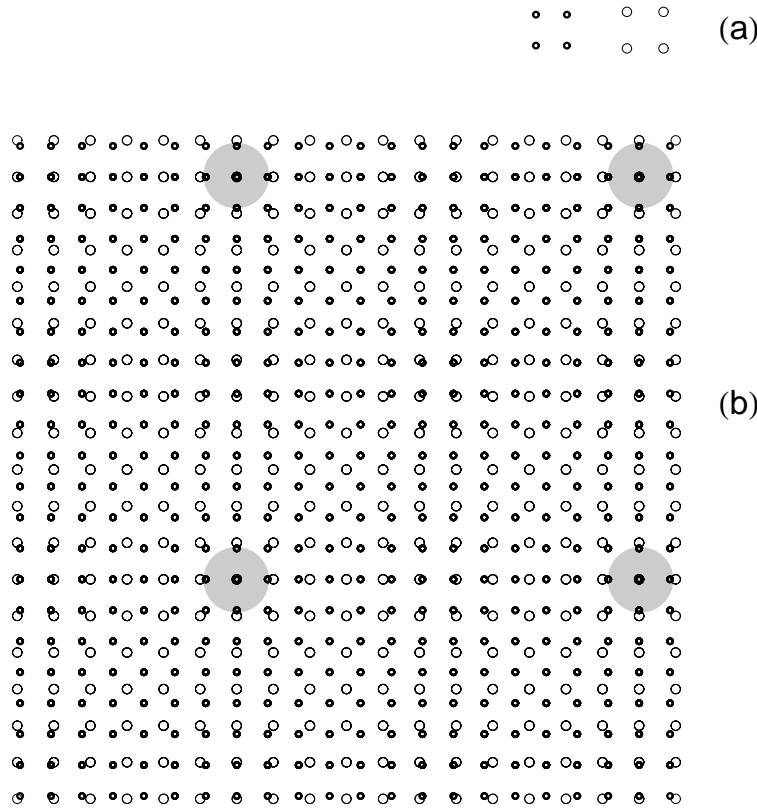


Abb. 4.5 Modell eines Koinzidenzgitters an der Grenzfläche zweier kubischer Gitter (a) mit einer Fehlpassung von 15%. In regelmäßigen Abständen sind Punkte mit fast exakter Übereinstimmung zu finden, die durch graue Kreise in (b) unterlegt sind. Diese Punkte bilden das Koinzidenzgitter.

An den Koinzidenzpunkten tritt dann die *geringste* Abweichung der Atome beider Gitter zueinander auf. Zur Veranschaulichung dieses Modells dienen zwei kubische Gitter, deren (001)-Flächen eine Fehlpassung von 15% besitzen. Schematisch sind beide Gitter in Abb. 4.5(a) abgebildet. Werden die beiden Gitter übereinander gelegt, finden sich in regelmäßigen Abständen Bereiche mit fast exakter Koinzidenz der beiden Gitter. Diese Punkte sind in Abb. 4.5(b) mit grauen Kreisen unterlegt und stellen das Koinzidenzgitter dar. Zwischen den Koinzidenzpunkten können CSL-Gitterfehlانpassungsversetzungen auftreten, um die Fehlpassung auszugleichen. Eine solche Grenzfläche wird als kommensurabel bezeichnet.

Grenzfläche entlang MnAs[0001]

Die Gitterfehlpassung in der Grenzfläche entlang MnAs[0001], d. h. zwischen den GaAs{220}- und den MnAs{0002}-Ebenen, beträgt fast -29%. In Abb. 4.6(a) ist eine konventionelle TEM-Querschnittsaufnahme zu sehen. Entlang der Grenzfläche ist kein Spannungskontrast aufgrund von Versetzungen zu erkennen. Durch die große Gitterfehlpassung könnte man eine Grenzfläche ohne eine periodisch atomare Anordnung sowie mit schwachen chemischen Bindungen erwarten. Für ein besseres Verständnis der Grenzfläche erfolgte eine Untersuchung derselben mit hochauflösenden Aufnahmen. Die HRTEM-Aufnahme in Abb. 4.6(b) zeigt eine atomar abrupte Grenzfläche.

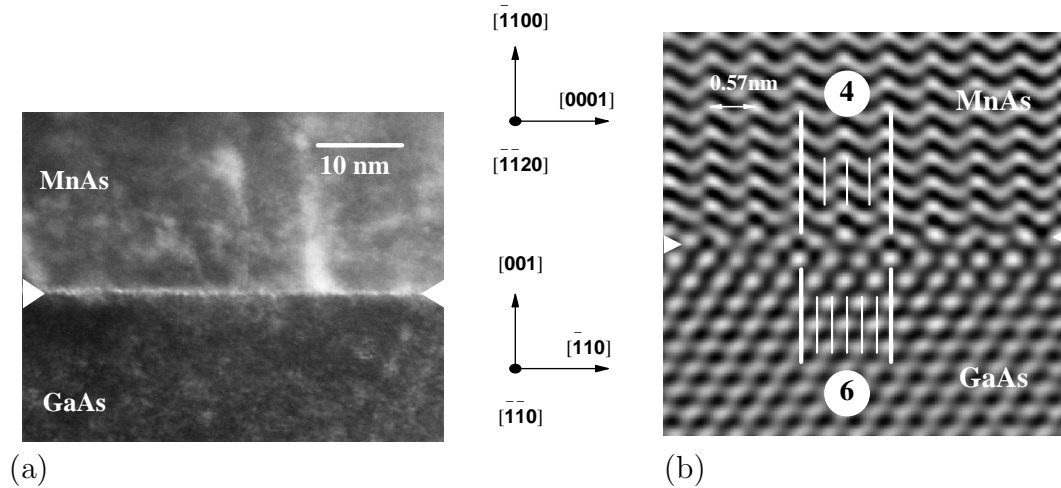


Abb. 4.6 TEM-Hellfeld-Querschnittsaufnahme (a) und dazugehörige HRTEM-Aufnahme (b) der MnAs/GaAs-Grenzfläche in der MnAs[1120] || GaAs[110]-Projektion. Das 4:6-Verhältnis der Ebenen ist im HRTEM-Bild durch senkrechte weiße Linien gekennzeichnet (Fourier-Filterung).

Die Periode des wellenförmigen Kontrastes der hochauflösenden Aufnahme im oberen Teil von Abb. 4.6(b) entspricht in Übereinstimmung mit Simulationsrechnungen der Gitterkonstante c des MnAs [77]. Die Anwendung des Koinzidenzgitter-Modells erklärt, daß trotz der großen Gitterfehlpassung epitaktisches Wachstum erfolgt. Entlang der c -Achse des MnAs finden sich Bereiche, in denen jede vierte

MnAs{0002}-Ebene in jede sechste GaAs{220}-Ebene paßt. Dieses 4:6-Verhältnis reduziert die Gitterfehlpassung auf -4.77%.

$$\frac{4 d_{\text{MnAs}\{0002\}} - 6 d_{\text{GaAs}\{220\}}}{6 d_{\text{GaAs}\{220\}}} = -4.77 \% \quad (4.5)$$

Die Abweichung von der exakten Koinzidenz wird durch CSL-Versetzungen angepaßt. Eine solche Versetzung ist in Abb. 4.7 markiert. Die Grenzfläche entlang der MnAs[0001]-Richtung besteht aus Bereichen mit exakter CSL-Anordnung (vgl. Abb. 4.5), die durch sekundäre CSL-Versetzungen (Abb. 4.7) separiert sind.

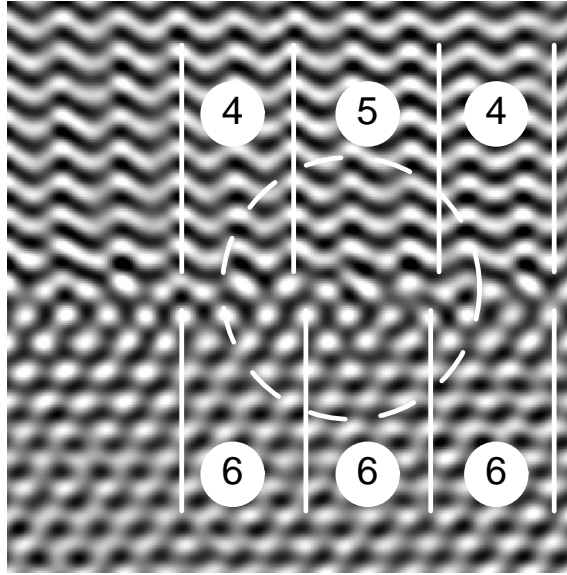


Abb. 4.7 HRTEM-Hellfeldaufnahme einer Querschnittsprobe in MnAs[11̄20] || GaAs[110]-Projektion. Eine CSL-Versetzung in der Grenzfläche ist durch den weißen Kreis markiert.

Grenzfläche entlang MnAs[11 $\bar{2}$ 0]

Abbildung 4.8 zeigt eine TEM-Querschnitts-Dunkelfeldaufnahme entlang der MnAs[11 $\bar{2}$ 0]-Richtung. Der scharfe Kontrast spiegelt auch in dieser Projektion eine chemisch abrupte Grenzfläche zwischen MnAs und GaAs wider. Entlang der MnAs[11 $\bar{2}$ 0]-Richtung mit einer Gitterfehlpassung von -6.9% sind keine Anzeichen für eine ausgedehnte Reaktionsschicht zu erkennen.

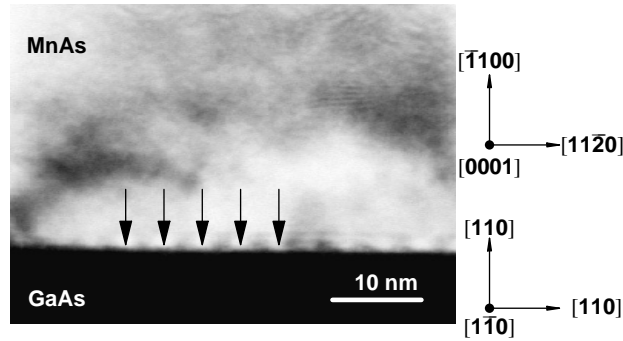


Abb. 4.8 TEM-Querschnitts-Dunkelfeldaufnahme mit einfallendem Elektronenstrahl entlang MnAs[0001]. Die schwarzen Pfeile kennzeichnen einen periodischen Spannungscontrast.

Der periodische Hell-Dunkel-Kontrast entlang der Grenzfläche läßt auf eine regelmäßige Anordnung von lokalisierten Gitterfehlpassungsversetzungen schließen. In der Tat zeigt die hochauflösende Aufnahme in Abb. 4.9 eine solche Gitterfehlpassung.

Die Grenzfläche entlang MnAs[11 $\bar{2}$ 0] ist somit semikohärent, d.h. Gebiete mit perfekter Anpassung werden durch periodische Gitterfehlpassungsversetzungen separiert. Der Burgers Vektor \mathbf{b} um eine solche Versetzung entspricht in Richtung und Betrag der Gitterkonstanten a entlang MnAs[11 $\bar{2}$ 0]:

$$|\mathbf{b}| = a$$

Daraus folgt eine Länge des Burges Vektors von $|\mathbf{b}| = 0.379$ nm. Der mittlere Abstand D der Gitterfehlpassungsversetzungen ist $D = (4.5 \pm 0.5)$ nm. Aus diesen Daten kann die verbleibende Restdehnung errechnet werden:

$$\epsilon_{[11\bar{2}0]} = |f_{[11\bar{2}0]}| - \frac{|\mathbf{b}|}{D} = 0.0694 - \frac{0.379}{4.5} = 0.013 \quad (4.6)$$

Durch die parallele Lage von \mathbf{b} zur Grenzfläche wird eine maximale Reduzierung der Spannungen erreicht. Die Annahme, daß die MnAs-Schicht während des Wachstums auf GaAs(001) vollständig relaxiert ist, führt zu einer Restspannung bei Raumtemperatur. Diese Spannung wird durch die diskontinuierliche 1%-ige

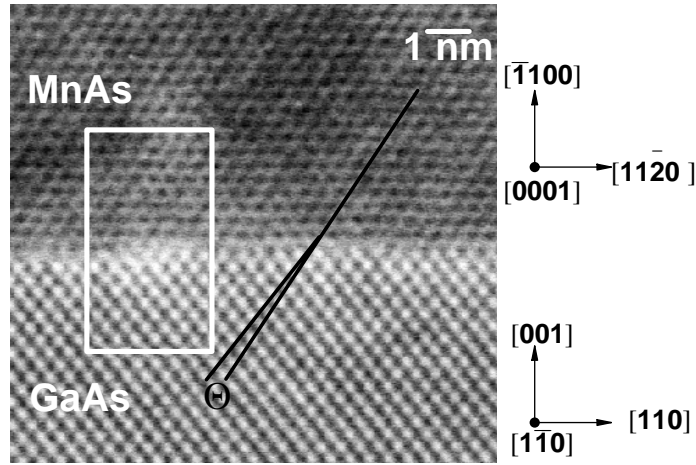


Abb. 4.9 Hochauflösende Dunkelfeldaufnahme einer Querschnittsprobe mit einfallendem Elektronenstrahl entlang $\text{MnAs}[0001]$. Eine Fehlanpassungsversetzung in der Grenzfläche ist mit einem weißen Rechteck umrahmt. Der Winkel Θ zwischen den $\text{GaAs}\{111\}$ - und $\text{MnAs}\{1\bar{1}20\}$ -Ebenen beträgt $6.5^\circ \pm 0.5^\circ$.

Vergrößerung der Gitterkonstante a bei $T = 43^\circ\text{C}$ hervorgerufen [40]. Eine Zunahme von a verringert jedoch die Gitterfehlpassung von MnAs zu GaAs. Eine Verringerung der Gitterfehlpassung müßte in einen größeren Abstand D der Versetzungen resultieren, diese sind aber aufgrund der geringen Übergangstemperatur unbeweglich. Ein zu enger Abstand der Versetzungen führt jedoch zum Aufbau einer Druckspannung, die durch den Winkel Θ zwischen den $\text{GaAs}\{111\}$ - und $\text{MnAs}\{1\bar{1}20\}$ -Ebenen nachgewiesen werden kann. Im spannungsfreien Zustand beträgt $\Theta = 5.26^\circ$. Im perfekt angepaßten Bereich der semikohärenten Grenzfläche zwischen zwei Gitterfehlanpassungsversetzungen in Abb. 4.9(a) wurden dagegen $6.5^\circ \pm 0.5^\circ$ gemessen.

Die Untersuchungen mittels TEM und HRTEM lieferten aufschlußreiche Informationen über das Heteroepitaxiesystem GaAs/MnAs. Der Einsatz verschiedener Methoden ermöglichte die Abbildung der anisotropen Struktur auf drei Skalen: Makroskopisch mittels SAD-Aufnahmen, im Nanometerbereich durch konventionelle TEM und auf atomarer Skala durch HRTEM.

★ ★ ★

5. Magnetische Eigenschaften epitaktischer MnAs-Schichten

Nach der Diskussion des Wachstums und der strukturellen Eigenschaften stehen nun die magnetischen Untersuchungen an MnAs-Schichten im Mittelpunkt. Zu Beginn werden einige Grundbegriffe des Magnetismus und Besonderheiten von magnetischen Schichten kurz erklärt.

5.1 Einführung

Die Feldgrößen zur Beschreibung des magnetischen Feldes sind die Feldstärke \mathbf{H} und die magnetische Induktion \mathbf{B} . Im Vakuum sind \mathbf{H} und \mathbf{B} zueinander proportional, verknüpft über die Vakuum-Permeabilität μ_0 :

$$\mathbf{B} = \mu_0 \mathbf{H} \quad \text{mit} \quad \mu_0 = 4\pi 10^{-7} \frac{\text{kg m}}{\text{s}^2 \text{A}^2}. \quad (5.1)$$

Zur Beschreibung des magnetischen Verhaltens von Materialien dient die Magnetisierung \mathbf{M} als makroskopisches Moment aller atomaren Einzelmagnete:

$$\mathbf{M} = \sum_j \mathbf{m}_j \quad \left[\frac{\text{A}}{\text{m}} \right].$$

Die Beziehung (5.1) kann man für Materie ergänzen und die Suszeptibilität χ einführen:

$$\chi = \left(\frac{\partial \mathbf{M}}{\partial \mathbf{H}} \right)_T,$$

$$\mathbf{B} = \mu_0 (\mathbf{M} + \mathbf{H}) = \mu_0 (1 + \chi) \mathbf{H} = \mu_0 \mu_r \mathbf{H}. \quad (5.2)$$

Diese Beziehung gilt aber nur für linear-response Medien. Die magnetische Suszeptibilität χ eignet sich sehr gut zur Klassifikation von magnetischen Stoffen.

1. Diamagnetismus ist charakterisiert durch $\chi < 0$, $\chi \approx \text{const.}$. Dabei handelt es sich um einen reinen Induktionseffekt. Diamagnete enthalten keine magnetischen Dipole, erst durch Anlegen eines äußeren Feldes werden Momente induziert, die nach der Lenzschen Regel dem äußeren Feld entgegengesetzt sind. χ ist somit negativ und liegt in einer typischen Größenordnung

von $|\chi| \sim 10^{-5}$. Diamagnetismus tritt in Si, GaAs, Bi, Zn, Hg und in Supraleitern als ideale Diamagneten ($\chi = -1$) auf.

2. Paramagnetismus setzt die Existenz von permanenten magnetischen Momenten voraus, die von einem äußeren Feld \mathbf{H} ausgerichtet werden. Dem steht die thermische Bewegung als Konkurrenz entgegen. Die Suszeptibilität ist größer Null und hängt schwach vom magnetischen Feld ab: $\chi(T, \mathbf{H}) \sim \chi(T)$. Man kann bei der Beschreibung zwischen zwei Mechanismen unterscheiden:

- lokalisierte Momente von unaufgefüllten Elektronenschalen, die zu einem nicht vollständig kompensierten Drehimpuls $\mathbf{L} = \sum_i \mathbf{l}_i$ führen, der ein Moment \mathbf{m} verursacht und

- itinerante Momente von quasifreien Leitungselektronen, von denen jedes ein Bohrsches Magneton μ_B mit sich führt. ($\mu_B = \frac{e\hbar}{2m_e}$, e-Elementarladung, $\hbar = \frac{h}{2\pi}$, h -Plancksches Wirkungsquantum, m_e -Elektronenmasse).

Dia- und Paramagnetismus sind auf Eigenschaften der Einzelatome zurückzuführen und weitestgehend verstanden.

3. Kollektiver Magnetismus ist durch eine sehr komplizierte Abhängigkeit der Suszeptibilität χ von Feld und Temperatur $\chi = \chi(\mathbf{H}, T)$ charakterisiert. Eine physikalisch korrekte Beschreibung erweist sich als äußerst schwierig, da starke Korrelationen der Elektronen untereinander berücksichtigt werden müssen. Analog zum Paramagnetismus ist die Existenz von permanenten magnetischen Momenten Voraussetzung, die aber aufgrund der Austauschwechselwirkung unterhalb einer kritischen Temperatur eine spontane Magnetisierung zeigen. Diese Momente können entweder lokalisiert (Gd, EuO, K_2CuF_4) oder itinerant (Fe, Co, Ni) sein. Kollektiven Magnetismus kann man darüber hinaus in drei Klassen einteilen: Ferro-, Ferri- und Antiferromagnetismus.

In einem ferromagnetischen System sind bei $T = 0$ alle Momente exakt parallel ausgerichtet ($\uparrow \uparrow \uparrow \uparrow$), dieser Zustand wird als ferromagnetische Sättigung bezeichnet. Mit zunehmender Temperatur stellt sich eine gewisse Unordnung ein. Oberhalb einer bestimmten Temperatur, der Curietemperatur T_C , ist die magnetische Ordnung komplett aufgehoben und das Material ist paramagnetisch. In MnAs tritt dieser Phasenübergang bei $T_C = 43^\circ\text{C}$ auf [39]. Die magnetische Suszeptibilität χ ist für Ferromagneten einerseits sehr groß und hängt andererseits sehr stark von der Vorgeschichte ab. Das komplizierte Verhalten spiegelt sich u.a. in den magnetischen Hysteresekurven wider, in denen die Magnetisierung der Probe als Funktion des angelegten Feldes gemessen wird.

5.2 Magnetismus dünner Schichten

5.2.1 Anisotropie

In allgemeinsten Formulierung beschreibt die magnetische Anisotropie in einem Material die Abhängigkeit der freien Energie von der Richtung der Magnetisierung. Die absoluten Minima der freien Energie legen die Richtungen der leichten magnetischen Achsen fest. Entlang dieser leichten Achsen liegt die Richtung von \mathbf{M} im Nullfeld. Der notwendige Energieaufwand, um \mathbf{M} aus den leichten Achsen wegzudrehen, ist die magnetische Anisotropie. Obwohl die Anisotropie im allgemeinen keine Energie ist, hat sich der Begriff als “terminus technicus” durchgesetzt. Anisotropie und Magnetisierung sind die beiden wichtigsten Größen, aus denen viele magnetische Eigenschaften abgeleitet werden können. Die Magnetisierung ist der Parameter, welcher die Stärke des makroskopischen magnetischen Momentes beschreibt. Die Anisotropie legt fest, in welche Richtung die Magnetisierung im feldfreien Fall zeigt. Insbesondere im Monolagenbereich wird die Magnetisierung wesentlich durch die Anisotropie bestimmt. Im Grenzfall eines zweidimensionalen Systems existiert ohne Anisotropie keine ferromagnetische Ordnung [78]. Die Anisotropie setzt sich aus vier verschiedenen Anteilen zusammen:

1. **Kristallanisotropie:** Durch die regelmäßige Anordnung von Atomen im Einkristall ergeben sich richtungsbedingte Magnetisierungen. Als rein intrinsischer Beitrag spiegelt die Kristallanisotropie die Symmetrie des Materials wider.
2. **Formanisotropie:** Bei dünnen Schichten entsteht durch die verschiedenen Größenordnungen von Dicke (einige nm bis μm) und Fläche (mm^2) unterschiedliches in-plane und out-of-plane Magnetisierungsverhalten.
3. **Oberflächenanisotropie:** Die ersten Lagen einer Schicht weisen unterschiedliche Bindungen der Atome im Vergleich zum Volumenmaterial auf. Dadurch ist mit abnehmender Schichtdicke ein zunehmender Einfluß der Oberflächenzustände zu erwarten. Im Monolagenbereich kann sich durch die Oberflächenanisotropie sogar die Richtung der Magnetisierung im Vergleich zum Volumenmaterial ändern (Reorientierungsübergang) [79, 80].
4. **Magnetoelastische Anisotropie:** Innere Verspannungen, z. B. durch eine Gitterfehlpassung von Substrat und Schicht, können die magnetischen Eigenschaften der Schicht im Vergleich zum Volumenmaterial verändern. Der umgekehrte Vorgang, durch Magnetisierung eine spontane Verspannung zu erzeugen, wird als Magnetostraktion bezeichnet.

Die intrinsische Anisotropie eines Materials ist:

$$K_{\text{intrinsisch}} = K_{\text{Kristall}} - K_{\text{OF}} - K_{\text{magn-el}} . \quad (5.3)$$

Die Kombination der Form- und intrinsischen Anisotropie ergibt die effektive Anisotropie K_{eff} :

$$K_{\text{eff}} = K_{\text{Form}} - K_{\text{intrinsisch}} = \int_0^{M_s} \mu_0 H \, dM \quad \left[\frac{\text{J}}{\text{m}^{-3}} \right] . \quad (5.4)$$

K_{eff} ist eine Energie(dichte) und durch Experimente direkt bestimmbar. Die Sättigungsmagnetisierung M_s wird an späterer Stelle im Detail erklärt.

5.2.2 Streufeld und Demagnetisierung

Neben der Austausch-, Anisotropie- und Zeemanenergie existiert in einem magnetischen Material die Streufeldenergie, hervorgerufen durch das eigene Feld der Probe. Die Beziehung (5.1) gilt dann nur im Inneren einer unendlich ausgedehnten Probe. Eine Probe mit endlichen Abmessungen verursacht auf der Oberfläche Pole, die ein Streufeld hervorrufen [81]. Ausgehend von der Maxwell-Gleichung $\text{div}(\mathbf{B}) = \text{div}(\mu_0 \mathbf{H} + \mathbf{M}) = 0$, wird das Streufeld \mathbf{H}_i durch die Divergenz der Magnetisierung der Probe ausgedrückt: $\text{div}(\mathbf{H}_i) = -\text{div}(\mathbf{M}/\mu_0)$. Das Streufeld im Inneren der Probe wird auch als entmagnetisierendes Feld bezeichnet, da \mathbf{H}_i das entgegengesetzte Vorzeichen von \mathbf{M} trägt. Die Streufeldenergie hat die Form:

$$W_s = -\frac{1}{2} \int_{\text{sample}} \mathbf{H}_i \cdot \mathbf{M} \, dV . \quad (5.5)$$

Das von außen angelegte Feld ist dann nicht mit dem Feld in dem Material identisch. Die exakte Berechnung von \mathbf{H}_i ist im allgemeinen kompliziert. Als Approximation der Probengeometrie kann man sich des eingeschriebenen Ellipsoids bedienen [81]. Das Feld im Inneren des Ellipsoids wird durch:

$$\mathbf{H}_i = -\mathcal{N} \cdot \mathbf{M} \frac{1}{\mu_0} \quad (5.6)$$

ausgedrückt. \mathcal{N} ist die Matrix, deren Elemente die richtungsabhängigen Demagnetisierungsfaktoren beschreiben. Die einzelnen Faktoren N_k der Demagnetisierung entlang der Ellipsoidachsen ($k = a, b, c$) werden nach folgender Gleichung berechnet:

$$N_k = \frac{1}{2} abc \int_0^\infty \frac{1}{(k^2 + \eta) \sqrt{(a^2 + \eta)(b^2 + \eta)(c^2 + \eta)}} \, d\eta . \quad (5.7)$$

Die Variable η stellt die Integrationsvariable dar. Für die Summe der drei Entmagnetisierungsfaktoren gilt:

$$N_a + N_b + N_c = 1 . \quad (5.8)$$

Das korrigierte Feld im Inneren der Probe ist somit:

$$\begin{aligned} H_{i,x} &= H_{0,x} - N_a M_x \\ H_{i,y} &= H_{0,y} - N_b M_y \\ H_{i,z} &= H_{0,z} - N_c M_z . \end{aligned} \quad (5.9)$$

Für angelegte Magnetfelder parallel zur Schichtoberfläche spielen die Oberflächenladungen keine Rolle, da der Einfluß zu klein ist. Wird jedoch \mathbf{H} senkrecht zur Oberfläche angelegt, ist dem entmagnetisierenden Feld Rechnung zu tragen. Für eine $3.0 \text{ mm} \times 3.5 \text{ mm}$ große und 100 nm dicke Probe erhält man nach (5.7):

$$\begin{aligned} N_a &= 0.00002715 \\ N_b &= 0.00002154 \\ N_c &= 0.99995131 . \end{aligned} \quad (5.10)$$

5.3 Magnetisierungsmessungen

Die magnetischen Eigenschaften der MnAs-Schichten auf GaAs wurden durch Messungen der Hysterese mit einem SQUID-Magnetometer der Firma Quantum Design (MPMS) untersucht. Dadurch wurde der Betrag der Magnetisierung $|\mathbf{M}|$ als Funktion des angelegten Feldes entlang verschiedener Kristallrichtungen \mathbf{H} bestimmt. Abbildung 5.1 zeigt eine typische Hysteresekurve.

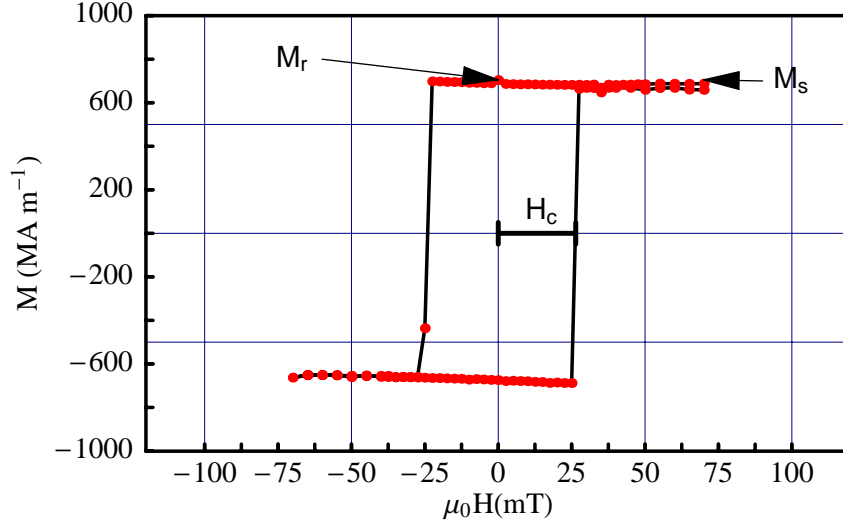


Abb. 5.1 Exemplarische Hysteresekurve einer ferromagnetischen 20 nm dicken MnAs-Schicht. Die wichtigsten Kenngrößen sind durch Pfeile gezeigt und im Text erklärt.

Drei wichtige magnetische Eigenschaften lassen sich aus der gezeigten Hysteresekurve ableiten:

1. Die **Sättigungsmagnetisierung** M_s beschreibt den maximal erreichbaren Wert des gesamten magnetischen Momentes der Probe, d. h. alle lokalen

magnetischen Momente sind entlang des Feldes ausgerichtet. M_s ist eine materialtypische Größe und kann zur Beurteilung der strukturellen Qualität herangezogen werden.

Bsp.: Nickel $M_s = 485 \text{ kAm}^{-1}$ [82]

2. Die **remanente Magnetisierung** M_r oder Remanenz ist die Restmagnetisierung, die nach vollständiger Aufmagnetisierung in der Probe vorliegt. In Abb. 5.1 ist $M_r = M_s$.
3. Die dritte Größe ist die **Koerzitivfeldstärke** H_c . Sie gibt die notwendige Feldstärke an, um ein Gesamtmoment von Null zu erhalten.

Die magnetischen Untersuchungen geben Aufschluß über den Magnetismus in MnAs-Schichten. Die magnetischen Eigenschaften werden wesentlich von der Kristallqualität und somit von den Wachstumsbedingungen beeinflusst. So sind Rückschlüsse auf die optimale Herstellung von MnAs auf GaAs möglich. Durch Anlegen von \mathbf{H} entlang dreier verschiedener Kristallrichtungen (siehe Abb. 5.2) wird die effektive Anisotropie der MnAs-Schichten bestimmt.

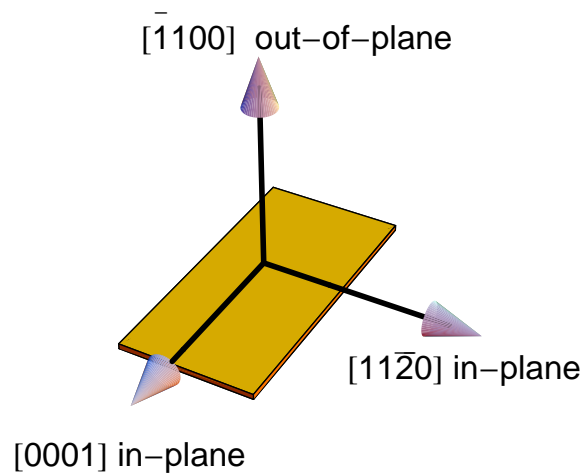


Abb. 5.2 Entlang dieser drei Kristallrichtungen wird im folgenden das Magnetisierungsverhalten untersucht.

5.3.1 In-plane-Magnetisierung

Magnetisches Feld entlang der leichten Achse

In den hergestellten MnAs-Schichten liegt die Achse der leichten Magnetisierung in-plane und parallel zur MnAs[11 $\bar{2}$ 0]-Richtung. Die zu untersuchende MnAs-Schicht unterlag folgenden Herstellungsbedingungen:

$$\begin{aligned} \text{As}_4/\text{Mn-BEP Verh\"altnis} &= 90 \\ R_{\text{MnAs}} &= 9 \text{ nm h}^{-1} \\ T_s &= 250^\circ\text{C}. \end{aligned} \tag{5.11}$$

Nach dem Wachstum erfolgte eine zehnm\"unutige Temperung bei $T_s = 400^\circ\text{C}$. Dabei konnte die erarbeitete Abh\"angigkeit der statischen Oberfl\"achenrekonstruktionen verwendet werden, um die Bedingungen so einzustellen, da\ss keine Degeneration der MnAs-Oberfl\"ache auftrat.

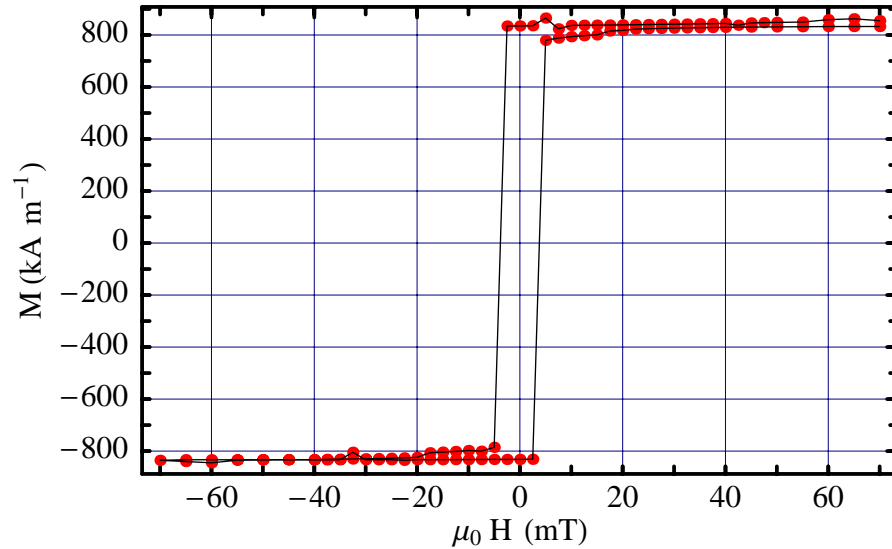


Abb. 5.3 Magnetisierung bei 300 K als Funktion des angelegten magnetischen Feldes f\"ur eine 80 nm dicke MnAs-Schicht. Das magnetische Feld wurde parallel zu MnAs[11 $\bar{2}$ 0] angelegt.

Die Messung der Hysterese bei 300 K f\"ur eine 80 nm dicke MnAs-Schicht ist in Abb. 5.3 gezeigt. Aus dieser Messung sind drei Ergebnisse ableitbar:

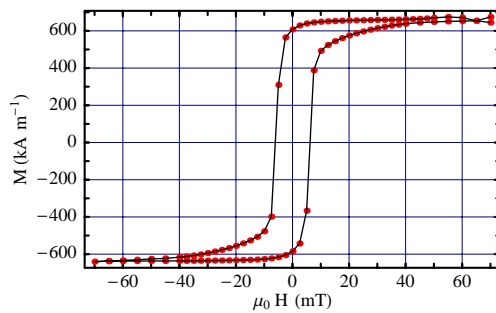
1. Die fast rechteckige Form der Kurve zeigt, daß sich die Schicht annähernd wie ein idealer Einzelmagnet verhält. Eine kleine Feldänderung von 0 mT auf ~ 5 mT reicht aus, um fast alle magnetischen Momente entlang des Feldes auszurichten.
2. Der experimentell bestimmte Wert der Sättigungsmagnetisierung

$$M_s = 800 \text{ kAm}^{-1}$$

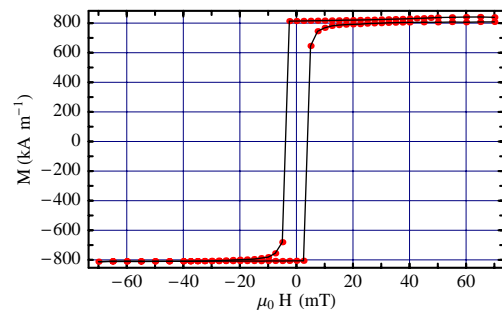
liegt deutlich über dem in der Literatur zu findenden Wert für Volumenmaterial $M_s^{\text{bulk}} = 670 \text{ kAm}^{-1}$ [82] und übertrifft die Resultate anderer Gruppen [83].

3. Die remanente Magnetisierung M_r , welche die Restmagnetisierung im abgeschalteten Feld beschreibt, ist fast identisch mit M_s .

Der Zusammenhang zwischen strukturellen und magnetischen Eigenschaften zeigt sich hier bei dünnen epitaktischen Schichten besonders deutlich. Hohe Kristallqualität begünstigt die kollektive magnetische Wechselwirkung der Momente untereinander, die sich besonders in der scharfen Hysterese widerspiegelt. Ergebnisse von RHEED- und AFM-Untersuchungen zeigten eine Verbesserung der Oberflächenrauigkeit durch eine thermische Nachbehandlung. Der Einfluß der thermischen Nachbehandlung auf die magnetischen Eigenschaften wird durch ein zusätzliches Vergleichsexperiment nachgewiesen. Zwei 100 nm dicke Schichten wurden unter den in (5.11) gegebenen Bedingungen hergestellt. Nur eine Probe wurde nach dem Wachstum einer zehnmütigen Temperung bei 400°C unterzogen. Die Messungen der Hysteresekurven beider Proben sind in Abb. 5.4(a) bzw. (b) gezeigt.



(a)



(b)

Abb. 5.4 Hysteresemessungen an zwei 100 nm dicken MnAs-Schichten. Die Hysteresekurve in (a) wurde von einer as-grown-Probe erhalten und die Kurve in (b) von einer Probe, die nach dem Wachstum 10 min bei 400°C getempert wurde. In (b) ist die Verringerung der Koerzitivfeldstärke und eine Erhöhung von M_s zu erkennen.

Deutlich ist der Einfluß der thermischen Nachbehandlung zu sehen. Die Temperung erweist sich als sehr effektiv. Bei einem geringen Feld von 10 mT [Abb. 5.4(b)] sind alle Momente entlang des Feldes ausgerichtet. Eine solche rechteckige Hysteresekurve spricht, im Vergleich zu Abb. 5.4(a), für eine höhere strukturelle Qualität. Diese wichtige Struktur-Eigenschaftsbeziehung wird an späterer Stelle noch durch Röntgenuntersuchungen untermauert.

Magnetisches Feld entlang der schweren Achse

Die schwere Achse der Magnetisierung liegt in den epitaktischen MnAs-Schichten in-plane entlang MnAs[0001]. Das Ergebnis einer Hysteresemessung entlang dieser Achse zeigt Abb. 5.5.

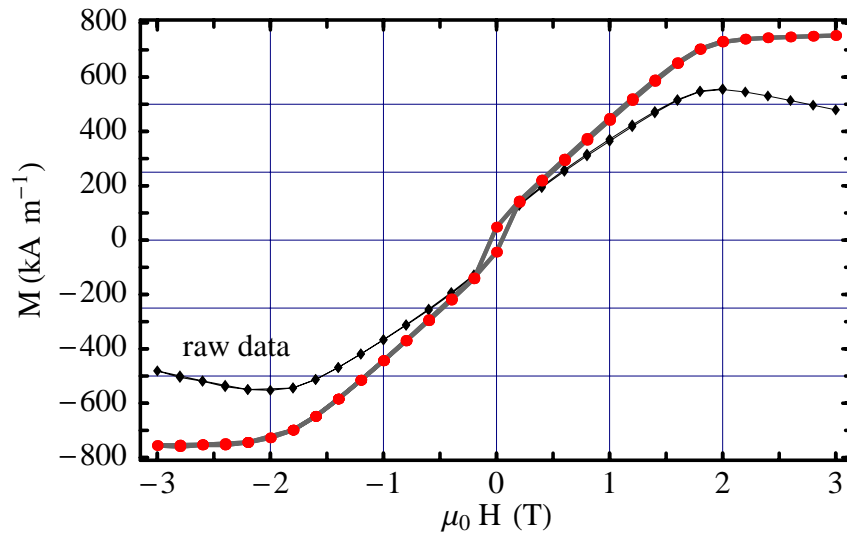


Abb. 5.5 Magnetisierungsmessung an einer 100 nm dicken MnAs-Schicht mit angelegtem magnetischen Feld entlang der schweren Achse. Die mit “raw-data” gekennzeichnete Kurve beinhaltet das diamagnetische Signal des GaAs. Die Magnetisierung der MnAs-Schicht wurde durch anschließende Subtraktion des diamagnetischen Signals erhalten.

Der diamagnetische Anteil des GaAs-Substrates ist bei diesen Messungen in Betracht zu ziehen. Der Diamagnetismus ist im GaAs, verglichen mit dem magnetischen Moment der MnAs-Schicht, sehr schwach. Das Volumenverhältnis von Substrat und epitaktischer Schicht beträgt bei 100 nm MnAs-Schichtdicke ~ 5000 . Sind durch das angelegte magnetische Feld alle Momente des MnAs ausgerichtet, ist die Schicht gesättigt. Eine weitere Felderhöhung induziert nur im GaAs ein negatives diamagnetisches Signal, das die Gesamtmagnetisierung verringert. Die in Abb. 5.5 mit “raw data” gekennzeichnete Kurve zeigt diesen Effekt. Ab 2 T ist die MnAs-Schicht magnetisch gesättigt, und es wird nur noch das diamagnetische Moment im GaAs induziert. Die nachträglich korrigierte Kurve in Abb. 5.5

wurde unter Berücksichtigung von Messungen des GaAs-Substrates erhalten. Die Untersuchung der Magnetisierung entlang der schweren Achse in epitaktischen MnAs-Schichten zeigt, daß ein 100-mal größes Feld von 2 T für die Ausrichtung der magnetischen Momente parallel zum Feld erforderlich ist.

5.3.2 Out-of-plane-Magnetisierung

In einem Ferromagneten existieren neben der leichten und schweren Achse der Magnetisierung noch “mittelschwere” Magnetisierungsrichtungen. Materialien mit uniaxialer Anisotropie wie MnAs besitzen eine leichte Achse. In MnAs liegt die leichte Achse entlang der $[11\bar{2}0]$ -Richtung und die schwere Achse senkrecht dazu. Magnetisierungsmessungen mit angelegtem magnetischen Feld out-of-plane, parallel zu $\text{MnAs}[\bar{1}100]$, erlauben eine Festlegung der Reihenfolge der Magnetisierungsachsen (leicht \rightarrow mittelschwer \rightarrow schwer). Die Messung der out-of-plane-Magnetisierung erfordert neben der Korrektur des diamagnetischen Signals des GaAs eine zusätzliche Korrektur des entmagnetisierenden Feldes der Probe [81]. Die berechneten Demagnetisierungsfaktoren sind im Abschnitt 5.2.2 zu finden.

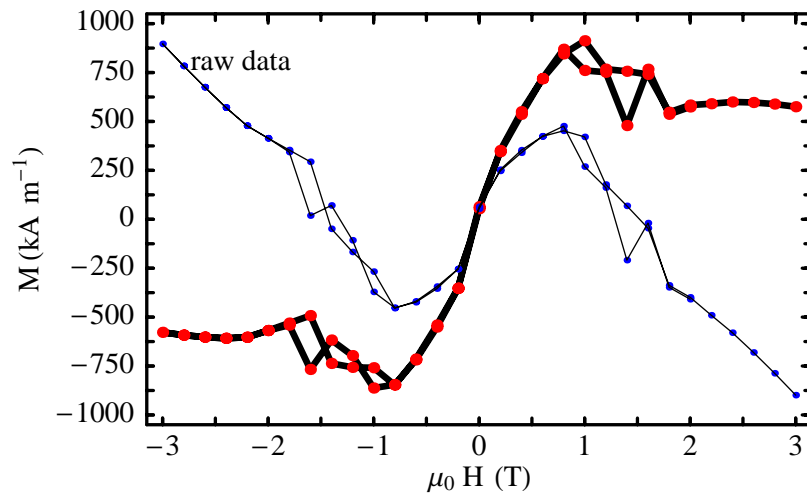


Abb. 5.6 Out-of-plane-Magnetisierung einer 100 nm dicken MnAs-Schicht bei 300 K mit $\mathbf{H} \perp \text{MnAs}[\bar{1}100]$. Die stark gezeichnete Kurve zeigt das Ergebnis nach der Subtraktion des diamagnetischen Signals sowie der Korrektur des entmagnetisierenden Feldes.

Die out-of-plane-Magnetisierung wurde in einem Bereich der Feldstärke von -3 T bis 3 T gemessen. Die mit “raw-data” bezeichnete Kurve in Abb. 5.6 zeigt die Daten ohne Korrektur. Die stark gezeichnete Kurve wurde durch Subtraktion des diamagnetischen Anteils und der Korrektur des entmagnetisierenden Feldes erhalten. Aus Abb. 5.6 wird deutlich, daß ein magnetisches Feld von ca. 1 T alle Momente entlang des Feldes ausrichtet. Das relativ verrauschte Signal bei 1.5 T

resultiert aus dem Nulldurchgang der “raw-data”-Kurve, bei dem das magnetische Signal der MnAs-Schicht durch den Diamagnetismus des GaAs vollständig kompensiert wird.

Schlußfolgernd kann aus den Magnetisierungsmessungen mit angelegtem Feld entlang verschiedener Kristallrichtungen durch Vergleich der Sättigungsfeldstärken die Reihenfolge der Magnetisierungsachsen festgelegt werden (siehe Abb. 5.7):

| Sättigungsfeldstärken entlang verschiedener Kristallrichtungen | |
|--|--------------------|
| $\mathbf{H} \parallel \text{MnAs}[11\bar{2}0]$ in-plane | 100 mT (leicht) |
| $\mathbf{H} \parallel \text{MnAs}[\bar{1}100]$ out-of-plane | 1 T (mittelschwer) |
| $\mathbf{H} \parallel \text{MnAs}[0001]$ in-plane | 2 T (schwer) . |

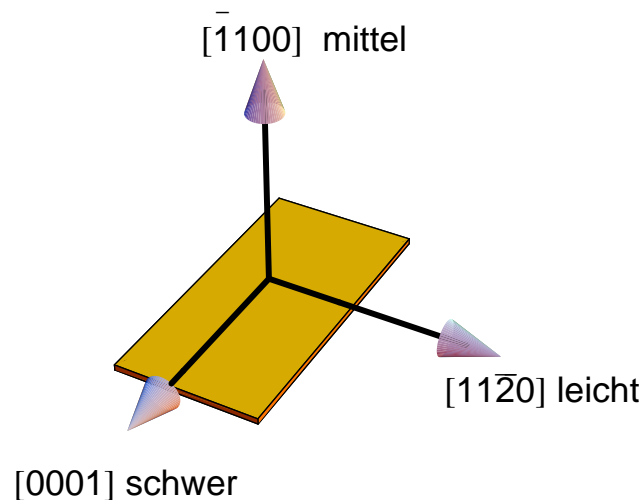


Abb. 5.7 Kristallographische Lage der leichten, mittelschweren und schweren Achse der Magnetisierung in epitaktischen MnAs-Schichten.

5.3.3 Bestimmung der Anisotropie

Die effektive Anisotropie K_{eff} ist aus den Magnetisierungsmessungen entlang verschiedener Kristallrichtungen quantitativ bestimmbar. Dazu findet ein Vergleich der Hysteresekurven mit \mathbf{H} entlang $\text{MnAs}[\bar{1}100]$ bzw. \mathbf{H} entlang $\text{MnAs}[0001]$ und der Kurve statt, die entlang der leichten Richtung $\text{MnAs}[11\bar{2}0]$ gemessen wurde. Die umschlossene Fläche in Abb. 5.8(a) und (b) entspricht dem Integral:

$$K_{\text{eff}} = \int_0^{M_s} \mu_0 H dM. \quad (5.12)$$

Die graphischen Lösungen von (5.12) sind durch die grauen Dreiecke in Abb. 5.8(a) und (b)¹ gezeigt.

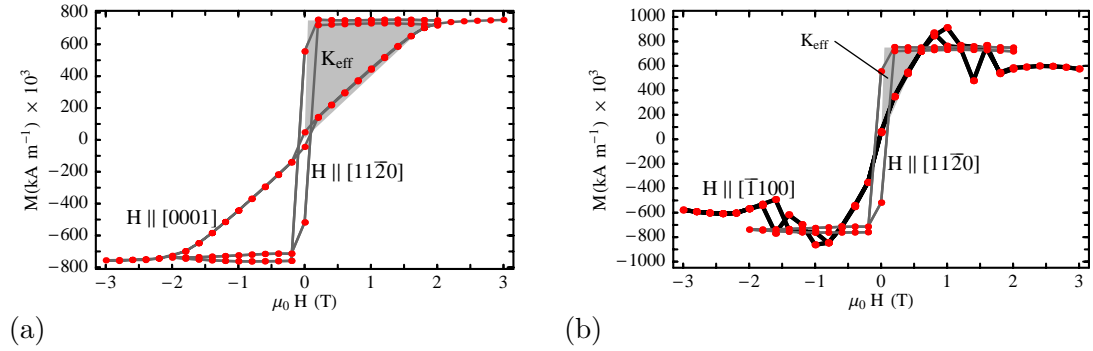


Abb. 5.8 Quantitative Bestimmung der in-plane-Anisotropie $K_{\text{eff}}^{[11\bar{2}0]}$ (a) bzw. out-of-plane-Anisotropie $K_{\text{eff}}^{[\bar{1}100]}$ (b). Die Anisotropien sind in (a) und (b) jeweils durch graue Dreiecke eingezeichnet.

In dem hier analysierten Fall wurden für die in-plane-Anisotropie $K_{\text{eff}}^{[11\bar{2}0]}$ und die out-of-plane-Anisotropie $K_{\text{eff}}^{[\bar{1}100]}$ folgende Werte ermittelt:

$$K_{\text{eff}}^{[11\bar{2}0]} = (740 \pm 20) \times 10^3 \text{ J m}^{-3} \quad (5.13)$$

$$K_{\text{eff}}^{[\bar{1}100]} = (360 \pm 40) \times 10^3 \text{ J m}^{-3}. \quad (5.14)$$

Daraus folgt, daß für die Ausrichtung der magnetischen Momente out-of-plane nur die Hälfte der Energie notwendig ist, welche die Ausrichtung entlang der schweren Achse erfordert.

$$\begin{matrix} \text{out-of-plane} \\ K_{\text{eff}}^{[\bar{1}100]} \end{matrix} < \begin{matrix} \text{in-plane} \\ K_{\text{eff}}^{[11\bar{2}0]} \end{matrix} \quad (5.15)$$

Dieses Resultat ist für das Verständnis der magnetischen Mikrostruktur epitaktischer MnAs-Schichten von wesentlicher Bedeutung. Dadurch können die Ausrichtung und die Struktur der magnetischen Domänenwände erklärt werden.

¹m1413

5.3.4 Schichtdickenabhängigkeit der magnetischen Eigenschaften

Die magnetischen Parameter, Koerzitivfeldstärke (H_c) und Sättigungsmagnetisierung (M_s) der MnAs-Schichten, wurden als Funktion der Schichtdicke d untersucht. Die Herstellung der zu analysierenden Probenserie erfolgte bei einer Substrattemperatur von 250°C und einem As₄/Mn-BEP-Verhältnis von 90. Nach dem Wachstum wurde jede Probe in der MBE-Anlage für eine Dauer von 10 min bei 400°C getempert, um die strukturellen und magnetischen Eigenschaften zu verbessern. Durch die Messung einer vollständigen Hysteresekurve von -70 mT bis 70 mT wurden M_s und H_c bestimmt.

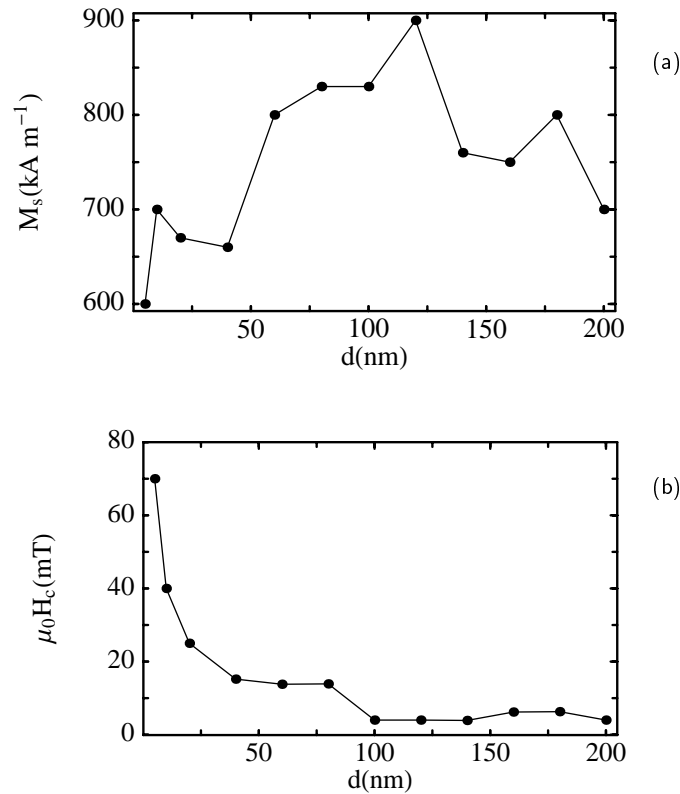


Abb. 5.9 Abhängigkeit der Sättigungsmagnetisierung (M_s) (a) und der Koerzitivfeldstärke (H_c) (b) von der Schichtdicke d . Die Messungen erfolgten bei $T = 300$ K mit $\mathbf{H} \perp \text{MnAs}[11\bar{2}0]$.

Das Ergebnis der Auswertung aller Hysteresekurven zeigt Abb. 5.9. Die relativ große Streuung der Werte für die Sättigungsmagnetisierung in Abb. 5.9(a) ist durch den großen Fehler ΔV bei der Bestimmung des Schichtvolumens V zu erklären:

$$\Delta V = \sqrt{\sum_{i=1...3} \left(\frac{\partial V}{\partial x_i} \Delta x_i \right)^2} \quad (5.16)$$

mit $(x_1 \pm \Delta x_1, x_2 \pm \Delta x_2, x_3 \pm \Delta x_3) = (\text{Länge, Breite, Dicke})$. Für $x_1 = (4 \pm 0.1) \text{ mm}$, $x_2 = (5 \pm 0.1) \text{ mm}$ und $x_3 = (100 \pm 5) \text{ nm}$ erhält man $\Delta V = \pm 10 \%$. Die Abweichung von M_s errechnet sich dann zu:

$$\Delta M_s = \left| -\frac{M_{\text{measured}}}{V} \Delta V \right| = \pm 7\%. \quad (5.17)$$

Damit ergibt sich für $M_s = (800 \pm 60) \text{ kA m}^{-1}$. Die Koerzitivfeldstärke kann dagegen sehr genau bestimmt werden.

Tanaka et al. stellte in ähnlichen Untersuchungen bei $d = 10 \text{ nm}$ ein Maximum von $H_c \sim 90 \text{ mT}$ und bei $d = 50 \text{ nm}$ ebenfalls ein Maximum für $M_s = 580 \text{ kA m}^{-1}$ fest [83]. Diese ausgeprägten Maxima wurden in der vorliegenden Untersuchung nicht beobachtet. Der Wert für H_c stellt sich ab einer Schichtdicke von $d = 100 \text{ nm}$ bei ca. 5 mT ein [Abb. 5.9(b)]. Eine mögliche Ursache für die Abnahme von H_c ist die bessere kollektive Wechselwirkung der magnetischen Momente mit zunehmender Schichtdicke [84]. Für M_s sind keine zuverlässigen Aussagen über eine Abhängigkeit von d zu treffen. Jedoch spiegeln die experimentell bestimmten Werte für M_s eine hohe strukturelle Qualität wider.

5.4 Mikromagnetische Untersuchungen

Neben den *integralen* Aussagen über die magnetischen Eigenschaften der MnAs-Schichten sind *lokale* Aussagen über die magnetische Struktur von großem Interesse. Die Kenntnis des magnetischen Verhaltens auf einer Mikrometerskala ist für das Verständnis des Magnetisierungsverhaltens wichtig. Die magnetische Struktur der epitaktischen MnAs-Schichten wurde mit der magnetischen Kraftmikroskopie (MFM) abgebildet. Mit zusätzlichen Experimenten konnte die magnetische Struktur in Abhängigkeit vom angelegten magnetischen Feld untersucht werden.

5.4.1 Magnetische Struktur im demagnetisierten Zustand

In Abb. 5.10 ist eine MFM-Messung einer 100 nm dicken MnAs-Schicht im demagnetisierten Zustand gezeigt². Die Probe wurde vor dem Beginn der Messung über die Curie-Temperatur erwärmt und im Nullfeld abgekühlt. Diese Prozedur stellt sicher, daß kein makroskopisches magnetisches Moment in der MnAs-Schicht existiert. Für den Test des Einflusses der Spitze auf die magnetische MnAs-Schicht wurden zwei Scans in x - und y -Richtung gemessen.

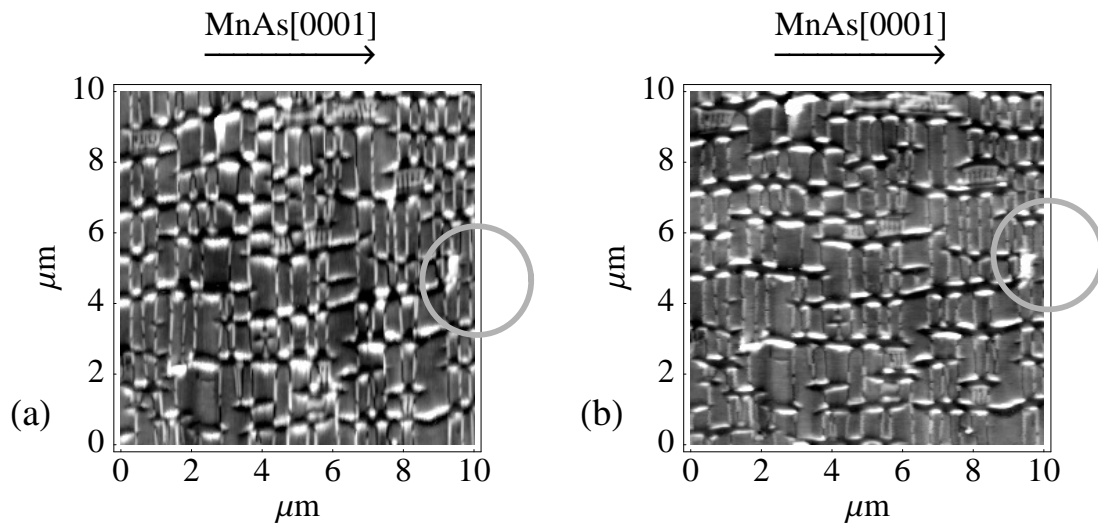


Abb. 5.10 MFM-Messungen einer 100 nm dicken MnAs-Schicht. In (a) wurde die Spitze entlang MnAs[0001] und in (b) senkrecht dazu bewegt. Die grauen Kreise in (a) und (b) umranden zum besseren Vergleich ein charakteristisches Merkmal.

Die starke Ähnlichkeit der beiden Resultate beweist, daß es keinen wesentlichen Einfluß der Spitze auf die Probe gibt. Die magnetische Struktur von MnAs ist

²Probe: m1413

im demagnetisierten Zustand durch ein komplexes Muster gekennzeichnet, das teilweise mit der Oberflächenmorphologie korreliert ist.

Der dunkle Kontrast entlang MnAs[0001] wird durch die Oberflächenmorphologie hervorgerufen. Die abgebildete AFM-Messung der gleichen Probe in Abb. 5.11 zeigt Furchen entlang MnAs[0001], die ca. 10-15 ML (3-5 nm) tief sind. Die gemessene rms-Rauhigkeit beträgt 10.4 Å. Die magnetischen Momente liegen in-plane und senkrecht zu MnAs[0001]. Verfolgt man eine Strecke entlang der leichten Achse durch eine Furche, so werden die lokalen magnetischen Momente von ihrer exakten in-plane-Ausrichtung abweichen. Daraus folgt eine Änderung in der z -Komponente der Magnetisierung, die das MFM detektiert. Dieser “topographie-induzierte” Kontrast entspricht somit keiner “echten” Domänenwand.

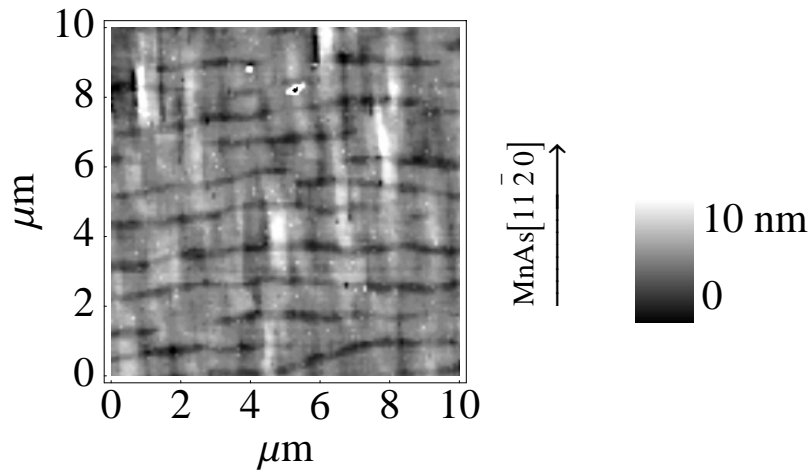


Abb. 5.11 AFM-Messung derselben Probe wie in Abb. 5.10. Die Furchen entlang der MnAs[0001]-Richtung sind ca. 10-15 ML (3-5 nm) tief. Die rms-Rauhigkeit beträgt für diese Scangröße 10.4 Å.

Die einzige Achse der leichten Magnetisierung liegt in den epitaktischen MnAs-Schichten in-plane, parallel zu MnAs[11 $\bar{2}$ 0]. Entlang dieser Richtung liegen die magnetischen Momente im Nullfeld. Daraus kann man ableiten, daß eine Domänenwand zwei benachbarte magnetische Domänen trennt, deren magnetische Momente um 180° zueinander gedreht sind. Für die 180°-Drehung gibt es zwei Möglichkeiten:

1. eine Drehung der Momente in-plane (Neél-Wand) oder
2. eine Rotation out-of-plane (Bloch-Wand).

Eine Drehung in-plane ist aber energetisch ungünstiger, wie durch die unterschiedlichen Anisotropien gezeigt wurde:

$$K_{\text{eff}}^{\text{out-of-plane}[\bar{1}100]} < K_{\text{eff}}^{\text{in-plane}[\bar{1}120]} . \quad (5.18)$$

Daraus folgt eine 180° -Drehung out-of-plane. In der Mitte der Wand zwischen zwei Domänen stehen die magnetischen Momente senkrecht zur Oberfläche. Damit entsprechen die Domänenwände in den epitaktischen MnAs-Schichten 180° -Bloch-Wänden.

Anhand einer hochauflösenden MFM-Messung, deren Ergebnis in Abb. 5.12 dargestellt ist, wird dieser Sachverhalt anschaulicher. Zwei benachbarte Domänen sind durch eine Wand getrennt. In den Domänen geben weiße Pfeile, deren absolute Richtung willkürlich gewählt wurde, die lokale Magnetisierungsrichtung an. Die Drehung der magnetischen Momente entlang der MnAs[0001]-Richtung von einer Domäne ist auf der rechten Seite von Abb. 5.12 schematisch dargestellt.

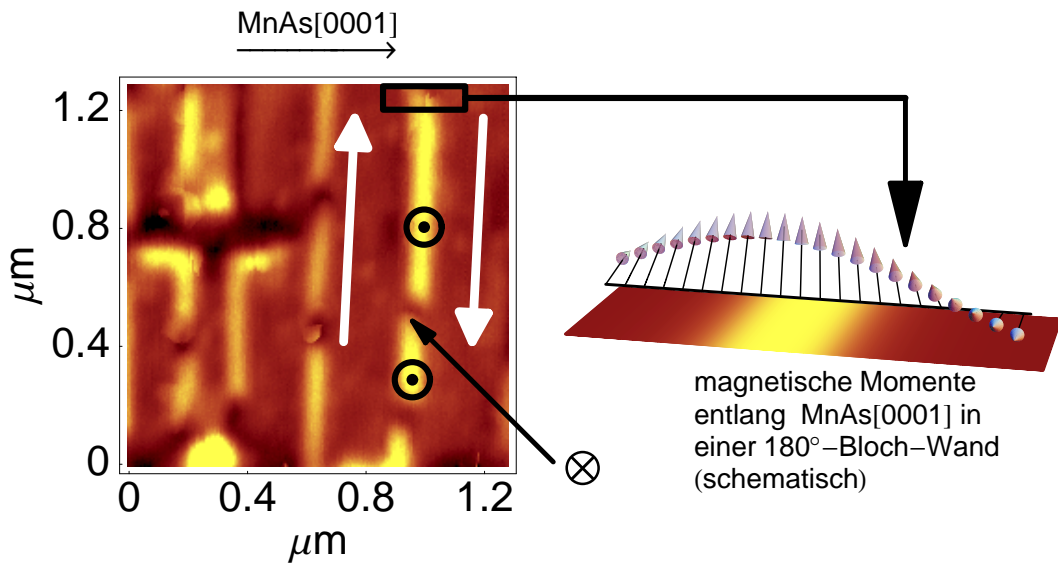


Abb. 5.12 Hochauflösendes MFM-Bild einer Domänenwand in einer 100 nm dicken MnAs-Schicht. Die um 180° gedrehten Magnetisierungsrichtungen (weiße Pfeile) der beiden magnetischen Domänen sind willkürlich festgelegt.

Abbildung 5.12 zeigt eine weitere interessante Eigenschaft der Bloch-Wand. Innerhalb der Wand ändert sich die Richtung der magnetischen Momente entlang MnAs[11 $\bar{2}$ 0] um 180° . Die aus der Zeichenebene zeigenden Momente sind durch \odot dargestellt und entsprechen der rechts in Abb. 5.12 gezeigten Möglichkeit. Die Unterbrechung bzw. Änderung des Kontrastes entlang der Wand in MnAs[11 $\bar{2}$ 0]-Richtung wird durch die Drehung der magnetischen Momente verursacht. Die Momente drehen sich um 180° und zeigen somit in die Zeichenebene (\otimes). Derartige Domänenwände werden als rekonstruierte Wand bezeichnet und wurden z. B. in Fe-Schichten beobachtet [67].

5.4.2 Magnetische Struktur in Abhängigkeit vom magnetischen Feld

Eine der interessantesten Untersuchungen ist die Abbildung der magnetischen Domänen als Funktion der Magnetisierung. Die schrittweise Magnetisierung der Probe erfolgte außerhalb der MFM-Apparatur in der Mitte einer langen stromdurchflossenen Spule (Länge = 20 cm, Durchmesser = 3.5 cm), die ein über die gesamte Probe homogenes Magnetfeld erzeugt. Der erforderliche Strom wurde durch ein Gleichspannungsnetzteil bereitgestellt, die maximal erreichbare Feldstärke betrug 30 mT. Die hier vorgestellte systematische Untersuchung wurde wie folgt durchgeführt:

1. MFM-Messung im demagnetisierten Zustand
2. Transfer der Probe aus dem MFM in die Spule
3. schrittweise Magnetisierung in 2 mT-Schritten außerhalb des MFM, magnetisches Feld parallel zur leichten Achse MnAs[11 $\bar{2}$ 0]
4. erneute MFM-Messung
5. zurück zu 2.)

Messungen an der gleichen Stelle auf der Oberfläche wären mit einem immensen Zeitaufwand verbunden, aber eine Scangröße von $10\text{ }\mu\text{m} \times 10\text{ }\mu\text{m}$ ist für eine repräsentative Darstellung der Domänen ausreichend. Die zusammengefaßten Resultate dieser systematischen MFM-Messung sind in Abb. 5.13 gezeigt. Die jeweiligen Magnetisierungsfeldstärken sind in den Einzelbildern angegeben.

Der Kontrast entlang MnAs[11 $\bar{2}$ 0] verschwindet mit größeren Feldstärken. Die stärkste Abnahme der 180°-Wände entlang MnAs[11 $\bar{2}$ 0] ist in einem Feldbereich von 8 mT bis 16 mT zu verzeichnen. Das Verschwinden einer Domänenwand bedeutet, daß eine der beiden benachbarten Domänen ihre *lokale* Magnetisierungsrichtung um 180° dreht und somit ein größerer Bereich mit gleicher Magnetisierungsrichtung entsteht. Im Sättigungsfall sind alle Domänen entlang des angelegten Feldes ausgerichtet. In der vorliegenden Untersuchung wurde die Sättigung zwischen 20 und 30 mT erreicht. Der Kontrast entlang MnAs[0001] verschwindet dagegen nicht. Aufgrund der gestörten exakten Ausrichtung der Momente parallel zu MnAs[11 $\bar{2}$ 0] wird durch das MFM eine Änderung von \mathbf{M} detektiert.

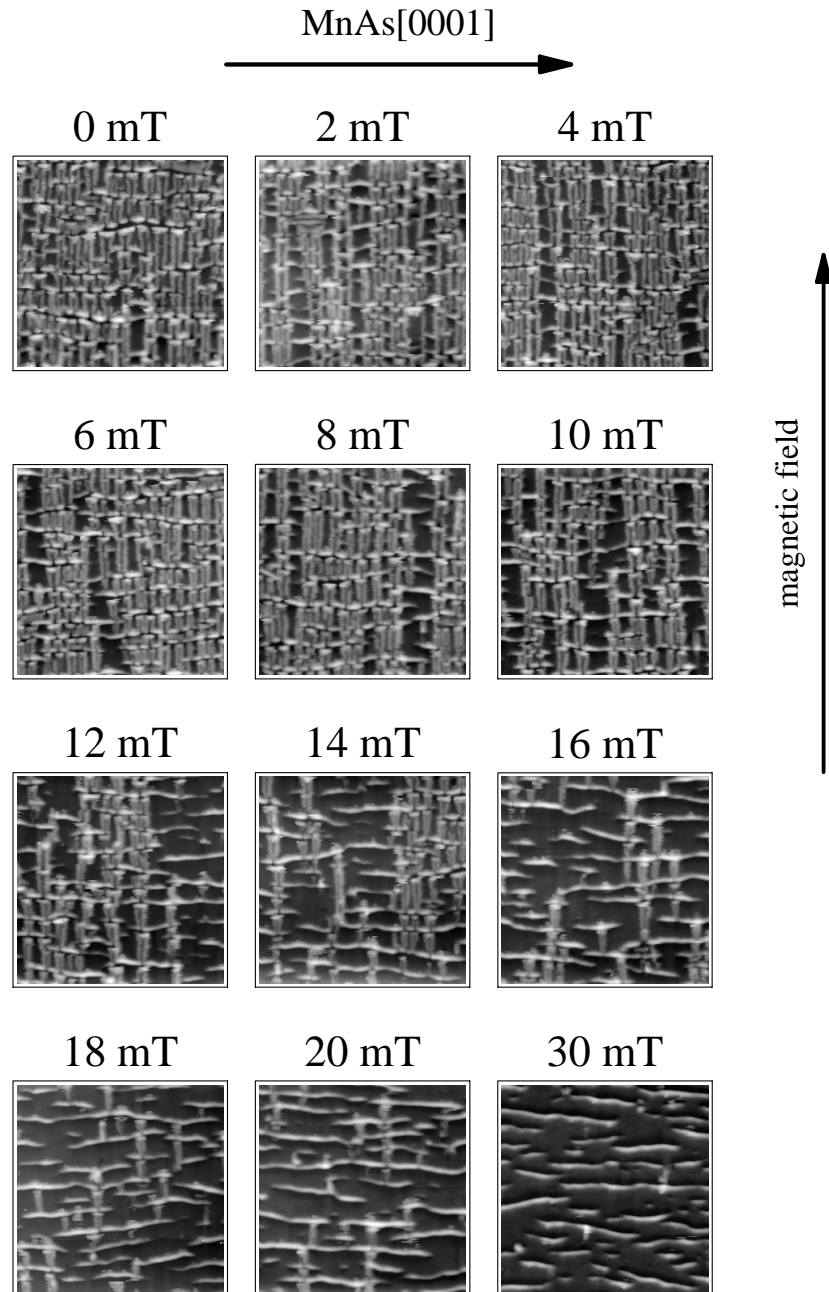


Abb. 5.13 Ergebnisse von systematischen MFM-Messungen an einer 100 nm dicken MnAs-Schicht bei Raumtemperatur für verschieden starke Magnetisierungsfelder. Die Magnetisierung erfolgte entlang der leichten Achse, die jeweiligen Feldstärken sind in den Einzelbildern angegeben. Deutlich ist eine Abnahme der Anzahl magnetischer Domänen mit stärkerem Feld entlang MnAs[1120] zu sehen.

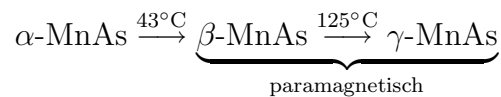
6. Phasenübergänge in MnAs-Schichten

In diesem abschließenden Kapitel werden Phasen und Phasenumwandlungen in epitaktischen MnAs-Schichten der zentrale Punkt sein. Aufbauend auf den herausgearbeiteten Erkenntnissen der strukturellen und magnetischen Eigenschaften werden wichtige Zusammenhänge zwischen der Herstellung und dem Verhalten am Phasenübergang gezeigt.

MnAs liegt in verschiedenen Phasen vor, die sich durch die magnetische Ordnung und die kristallographische Struktur unterscheiden [37, 39]. Bisherige Untersuchungen der auftretenden Phasenübergänge von MnAs wurden hauptsächlich an polykristallinen Proben und MnAs-Whiskern durchgeführt [37, 38, 39, 85, 86]. Strukturelle und magnetische Untersuchungen als Funktion der Temperatur an einkristallinen MnAs-Schichten stellen somit eine Bereicherung und Erweiterung der bis heute vorliegenden Daten dar.

MnAs liegt, wie in vorangegangenen Kapiteln gezeigt, bei Raumtemperatur in der NiAs Struktur (α -MnAs) vor. Bei 43°C ändert sich die magnetische Ordnung von ferromagnetisch zu paramagnetisch (α -MnAs \rightarrow β -MnAs). Diese Übergangstemperatur eines Ferromagneten wird als Curie-Temperatur T_C bezeichnet.

Dieser magnetische Übergang wird von einer strukturellen Phasenumwandlung begleitet. Die kristallographische Struktur geht von hexagonal (NiAs) in orthorhombisch (MnP) über. Die Beziehung beider Phasen zueinander ist in Abb. 6.1 schematisch gezeigt. Das Volumen der Einheitszelle des MnAs vergrößert sich an diesem Übergang um 2%, hervorgerufen durch eine sprunghafte 1%-ige Änderung der Gitterkonstante a [40]. Oberhalb von 125°C ändert sich die Kristallstruktur wieder in die hexagonale NiAs-Struktur (γ -MnAs), die dann ebenfalls paramagnetisch ist:



6.1 Röntgenbeugung an MnAs-Schichten

Die strukturelle Untersuchung an MnAs-Schichten hinsichtlich der auftretenden Phasen erfolgte durch Röntgenbeugung. Die unterschiedlichen Netzebenenabstände entlang der Wachstumsrichtung der α - und β -Phase von 0.322 nm bzw. 0.318 nm ermöglichen die Separation mit einem ω -2 θ -Scan.

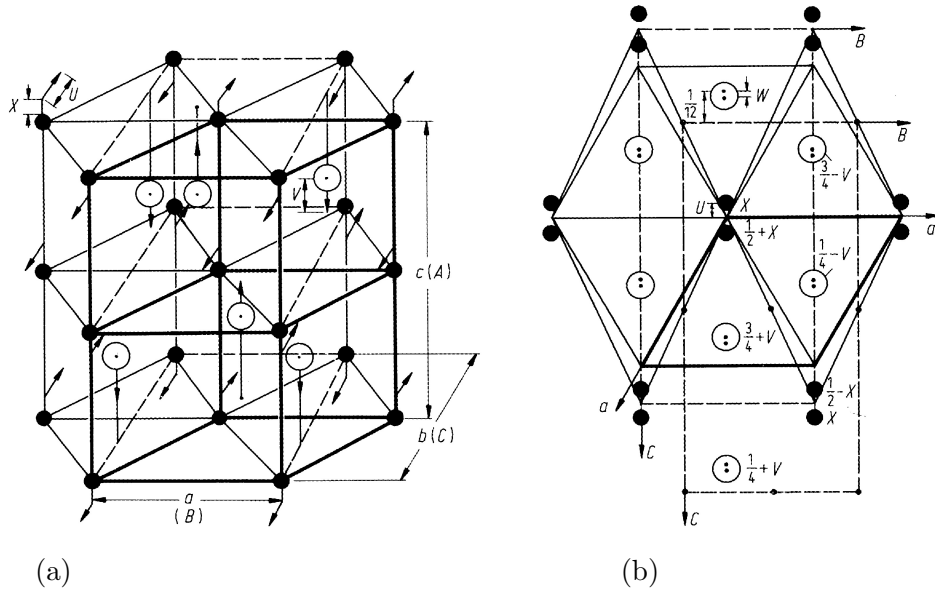


Abb. 6.1 Einheitszellen von α -MnAs (durchgezogene Linien) und β -MnAs (gestrichelte Linien) in perspektivischer Darstellung (a) und in einer Draufsicht (b) entlang α -MnAs[0001]. [41]. Die Symbole “•” und “o” stellen die Mn- bzw. As-Atome dar.

In Abb. 6.2 sind Ergebnisse der Röntgenbeugung für vier MnAs-Schichten mit unterschiedlicher Dicke dargestellt. Die Schichten wurden unter den folgenden Bedingungen hergestellt:

$$\begin{aligned}
 \text{As}_4/\text{Mn-BEP Verhltnis} &= 90 \\
 R_{\text{MnAs}} &= 9 \text{ nm h}^{-1} \\
 T_s &= 250^\circ\text{C} \\
 \text{10-minutige Temperung} &\text{ bei } 400^\circ\text{C}.
 \end{aligned}$$

Der Winkel des GaAs(002)-Reflexes, der unter einem Bragg-Winkel von 15.8125° auftritt, wurde auf 0° gesetzt und gleichzeitig zur Kalibrierung genutzt. Die Rntgenspektren zeigen zwei Reflexe, die den Netzebenenabstnden α - $d_{(\bar{2}200)}$ des α -MnAs bzw. β - $d_{(020)}$ des β -MnAs entsprechen. Bemerkenswert ist, da die orthorhombische β -Phase bei niedrigeren Temperaturen als T_C in einem ausgedehnten Temperaturbereich vorkommt. Dabei ist zu beachten, da die β -Phase in diesem Temperaturbereich einen Beitrag zum magnetischen Gesamtmoment liefert. Diese Schlufolgerung leitet sich aus den gemessenen Werten fr die Sttigungsmagnetisierung ab, die mit denen des Volumenmaterials bereinstimmen bzw. diese bertreffen. Die scheinbare Verletzung der Gibb’schen Phasenregel, welche die Koexistenz zweier Phasen auf eine Temperatur limitiert, wird durch das Auftreten von Restspannungen in der epitaktischen MnAs-Schicht erklrt [87]. Zur Ermittlung der Netzebenenabstnde (d) wurden die Beugungsmaxima mit einer Gauss-Funktion numerisch angefitet. Die Auswertung der in Abb. 6.2 gezeig-

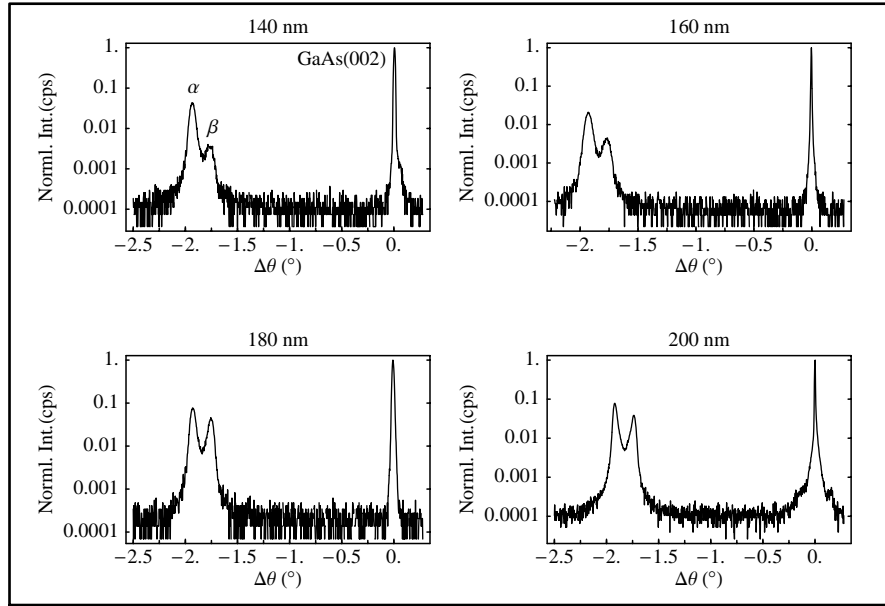


Abb. 6.2 Ergebnisse von Röntgenmessungen ($\omega - 2\theta$ scan) an vier MnAs-Schichten mit unterschiedlicher Dicke. Der Bragg-Winkel des GaAs(002)-Reflexes wurde auf 0° gesetzt. Mit zunehmender Schichtdicke erhöht sich der Anteil der β -Phase. Alle Messungen fanden bei Raumtemperatur statt.

ten Ergebnisse für vier Proben unterschiedlicher Schichtdicke führt zu folgenden Netzebenenabständen der α - und β -Phase:

| Dicke (nm) | α - $d_{(\bar{2}200)}$ (Å) | β - $d_{(020)}$ (Å) |
|------------|-----------------------------------|---------------------------|
| 140 | 3.211 | 3.176 |
| 160 | 3.210 | 3.176 |
| 180 | 3.209 | 3.172 |
| 200 | 3.207 | 3.168 |

6.2 Einfluß der Herstellungsbedingungen

In den Kapiteln 3 und 5 wurde eine Verbesserung der Oberflächenqualität sowie der magnetischen Eigenschaften durch die thermische Behandlung nach dem Wachstum durch RHEED-, AFM- und SQUID-Untersuchungen nachgewiesen. Daraus ergibt sich die Fragestellung nach einem möglichen Effekt der Temperung auf die Verteilung der α - bzw. β -Phase in epitaktischen MnAs-Schichten.

Für diese Analyse wurden zwei 200 nm dicke MnAs-Schichten unter identischen

Wachstumsbedingungen hergestellt:

$$\begin{aligned} \text{As}_4/\text{Mn-BEP Verh\"altnis} &= 90 \\ R_{\text{MnAs}} &= 9 \text{ nm h}^{-1} \\ T_s &= 250^\circ\text{C}. \end{aligned}$$

Nach dem Wachstum wurden die Proben 10 min bzw. 40 min bei 400°C getempert. Die dazugehörigen Röntgenspektren sind in Abb. 6.3(a) und (b) gezeigt. Der Vergleich der beiden Resultate zeigt, daß die längere Temperung den Anteil der β -Phase reduziert.

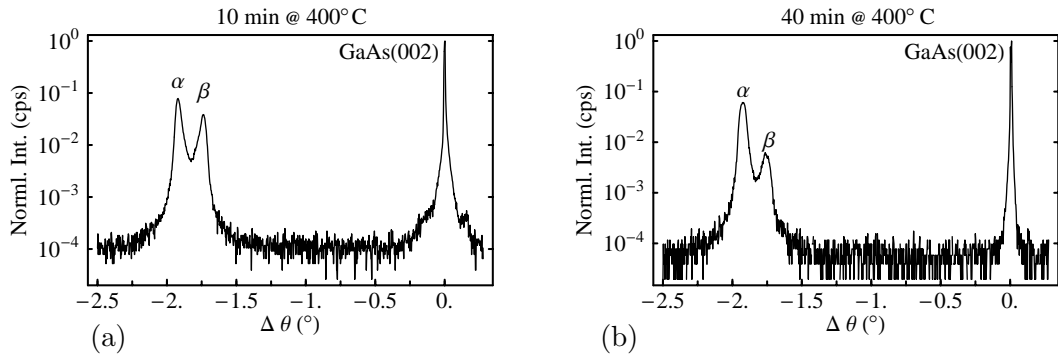


Abb. 6.3 Röntgenmessungen für zwei 200 nm dicke MnAs-Schichten mit unterschiedlichen Temperungszeiten nach dem Wachstum. Deutlich ist die Verringerung der β -Phase durch das längere Tempern zu sehen.

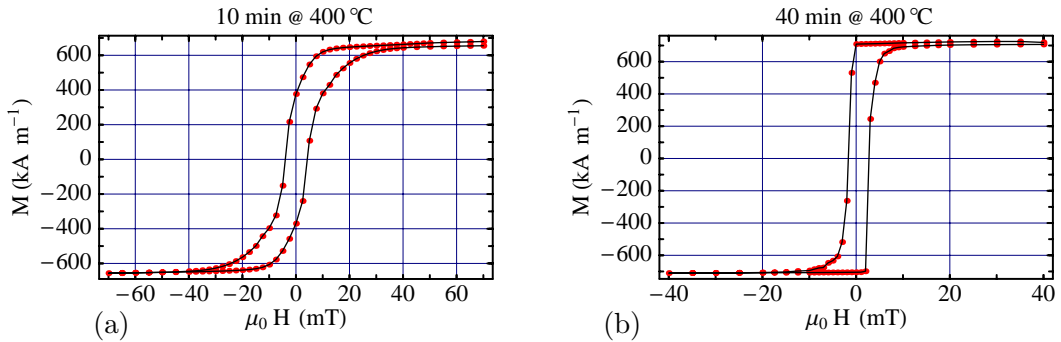


Abb. 6.4 Hysteresemessungen bei 300 K an zwei 200 nm dicken MnAs-Schichten. Die Proben wurden nach dem Wachstum für 10 min (a) bzw. für 40 min (b) bei 400°C getempert. Die längere Temperung führt zur erhöhten Remanenz und einer deutlich kleineren Koerzitivfeldstärke.

Die Messungen der magnetischen Hysteresis in Abb. 6.4(a) und (b) bestätigen die Röntgenbeobachtungen. Die Probe mit der längeren Temperungszeit liefert eine fast rechteckige Kurve, die remanente Magnetisierung erreicht den Wert der Sättigungsmagnetisierung [Abb. 6.4(b)]. Aus diesen Beobachtungen kann man auf

eine signifikante Verbesserung der Kristallqualität in der MnAs-Schicht schließen. Ähnliches Verhalten wurde im Kapitel 5 bei einem Vergleichsexperiment zweier 100 nm dicker MnAs-Schichten festgestellt (Abb. 5.4). In diesem Experiment war die Temperungszeit von 10 min bei 400°C ausreichend, um eine rechteckige Hysterese zu erhalten. Die Dauer der erforderlichen thermischen Behandlung hängt folglich von der Schichtdicke ab.

Ein zweistufiger Wachstumsprozeß könnte die Temperungsprozedur ersparen. Eine Keimschicht von wenigen Nanometern Dicke, unter einem hohen As_4/Mn -BEP-Verhältnis mit einer langsamen Wachstumsrate hergestellt, sichert eine MnAs-Ausgangsoberfläche mit einer einzigen azimuthalen Orientierung (Orientierung A). Nach dem Abscheiden dieser Nukleationsschicht könnte ein Wachstum bei höheren Substrattemperaturen erfolgen, was die Prozedur des Temperns erübrigt. Zur Untersuchung dieser Vermutung wurde eine 200 nm dicke Schicht in einem Zweistufenprozeß hergestellt. Nach dem Wachstum einer 4.5 nm dicken Nukleationsschicht wurde das Wachstum unterbrochen, um die Temperatur der Mn-Zelle sowie die Substrattemperatur zu erhöhen. Die Bedingungen für das Wachstum wurden wie folgt gewählt:

| Parameter | Nukleation | Stufe 2 |
|---|------------------------|------------------------|
| As_4/Mn -BEP-Verhältnis | = 690 | 25 |
| R_{MnAs} | = 3 nm h ⁻¹ | 145 nm h ⁻¹ |
| T_s | = 250°C | 390°C |
| T_{As} | = 260°C | 260°C |
| T_{Mn} | = 450°C | 640°C |

Das enorm unterschiedliche As_4/Mn -BEP-Verhältnis erklärt sich durch die konstant gehaltene Temperatur der As-Zelle, da eine Temperaturänderung der As-Zelle ca. 20 min in Anspruch nimmt. Die Analyse der strukturellen und magnetischen Eigenschaften erfolgte durch Röntgenbeugung bzw. Hysteresemessungen bei Raumtemperatur.

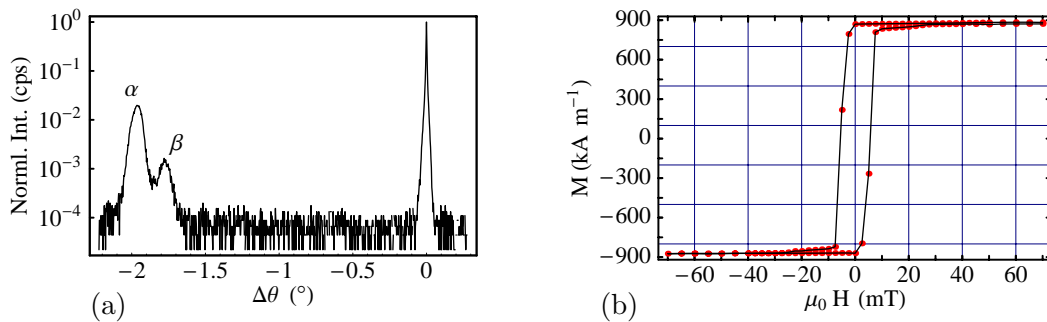


Abb. 6.5 ω -2 θ -Scan (a) und Hysteresemessung einer 200 nm dicken MnAs-Schicht. Die Probe wurde in einem Zweistufenprozeß hergestellt.

Die experimentellen Ergebnisse belegen die oben genannte Vermutung. Der Anteil der β -Phase des MnAs in der Schicht ist dem Anteil vergleichbar, der durch das 40-minütige Tempern erreicht wurde. Die magnetischen Eigenschaften sind bzgl. der Sättigungsmagnetisierung und Koerzitivfeldstärke ebenfalls vergleichbar mit den Resultaten in Abb. 6.4. Schlußfolgernd läßt sich feststellen, daß die Herstellung dickerer Schichten als 120 nm durch den oben beschriebenen Zweistufenprozeß optimiert werden kann.

6.3 Magnetische und strukturelle Untersuchungen des $\alpha \rightarrow \beta$ Phasenüberganges

Die β -Phase des MnAs tritt bei Raumtemperatur verstärkt in dickeren Schichten ab 120 nm Schichtdicke auf. Daraus ergibt sich die Fragestellung nach dem Verhalten am Phasenübergang einer bei Raumtemperatur einphasigen (dünneren) MnAs-Schicht im Vergleich zu einer zweiphasigen (dickeren) Probe.

Für die Röntgenuntersuchungen wurde der Goniometerkopf der Röntgenapparatur mit einem heizbaren Probenhalter ausgerüstet, der bis ca. 60°C einsetzbar ist. Eine temperaturabhängige Messung umfaßte einen Heizzyklus, gefolgt von einem Abkühlzyklus bis zur Ausgangstemperatur. Nach Erhöhung bzw. Verringerung der Heizspannung betrug die Einstellzeit vor jeder Röntgenmessung 45 min.

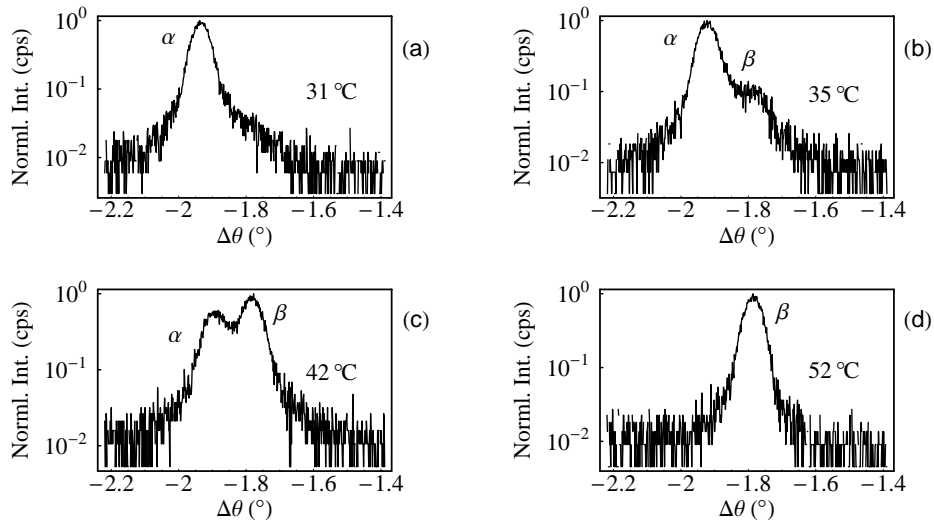


Abb. 6.6 Temperaturabhängige $\omega - 2\theta$ -Röntgenuntersuchungen einer 60 nm dicken MnAs-Schicht. Die jeweiligen Temperaturen der Messungen sind in (a)-(d) in den entsprechenden Graphen eingezeichnet. Deutlich ist der Phasenübergang von α - zu β -MnAs mit Erhöhung der Temperatur zu erkennen.

In Abb. 6.6 sind ausgewählte Ergebnisse der Röntgenbeugung an einer 60 nm dicken Schicht gezeigt. Die Messungen wurden für vier unterschiedliche Temperaturen während des Hochheizens aufgenommen. Das Spektrum bei 31°C [Abb. 6.6(a)] zeigt, daß diese Schicht bei Raumtemperatur nur in der α -Phase vorliegt. Der Anteil der β -Phase nimmt mit steigender Temperatur zu [Abb. 6.6(b)-(d)]. Bei 52°C [Abb. 6.6(d)] ist nur noch die β -Phase des MnAs detektierbar.

Die quantitative Auswertung der gesamten Messung erfolgte durch Integration der Gauss-Fitfunktionen für die jeweiligen Maxima der α - bzw. β -Phase. Die Strukturaktoren beider Phasen des MnAs sind gleich und erlauben einen direkten Vergleich. Der Quotient der integralen Intensitäten gibt den prozentualen Anteil der α -Phase an.

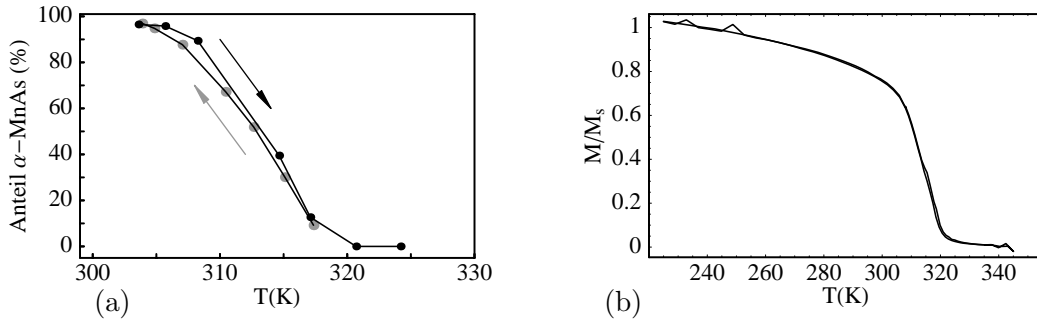


Abb. 6.7 Strukturelle und magnetische Untersuchung einer 60 nm dicken MnAs-Schicht als Funktion der Temperatur. (a) zeigt den Anteil von α -MnAs in der Probe. Die Meßpunkte wurden durch Vergleich der integralen Intensitäten erhalten. (b) stellt die normierte Sättigungsmagnetisierung als Funktion der Temperatur dar, $\mathbf{H} = 100\text{mT} \perp \text{MnAs}[11\bar{2}0]$.

In Abb. 6.7(a) ist das Resultat der temperaturabhängigen Röntgenmessung zusammengefaßt. Die schwarzen(graue) Punkte in Abb. 6.7(a) wurden während des Hochheizens(Abkühlens) gewonnen. Die in Abb. 6.7 veranschaulichten Daten zeigen, daß der strukturelle Phasenübergang hexagonal \rightarrow orthorhombisch in der MnAs-Schicht ohne Hysterese in der Temperatur abläuft.

Dieselbe Probe wurde einer temperaturabhängigen magnetischen Untersuchung unterzogen. Die Sättigungsmagnetisierung wurde als Funktion der Temperatur bestimmt. Die magnetische Feldstärke entlang der leichten Achse MnAs[11 $\bar{2}$ 0] betrug während der gesamten Messung 100 mT. Das Ergebnis zeigt Abb. 6.7(b). Aus den Resultaten in Abb. 6.7(a) und (b) läßt sich ableiten, daß der Phasenübergang α -MnAs \rightarrow β -MnAs in einer bei Raumtemperatur einphasigen Schicht *ohne* Hysterese abläuft.

Eine MnAs-Schicht mit 180 nm Schichtdicke wurde analog untersucht. Die Probe liegt bei Raumtemperatur in der α - und β -Phase vor, wie das Röntgenspektrum in Abb. 6.8 zeigt.

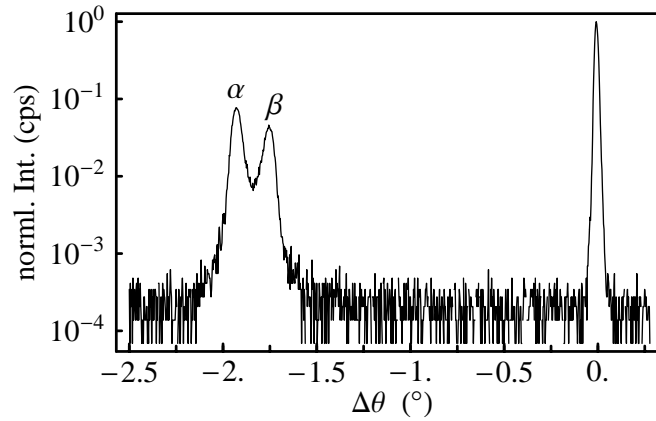


Abb. 6.8 Erhaltener ω - 2θ -Scan bei Raumtemperatur an einer 180 nm dicken MnAs-Schicht.

Die Auswertungen der temperaturabhängigen Röntgen- und Magnetisierungsmessung sind in Abb. 6.9(a) und (b) gezeigt. Der Phasenübergang läuft in dieser Schicht mit einer ausgeprägten Hysterese ab.

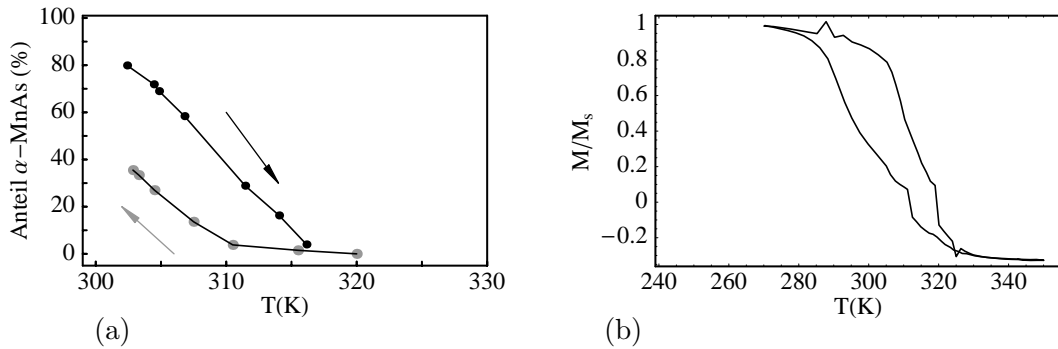


Abb. 6.9 Ergebnisse einer temperaturabhängigen Untersuchung des Anteils der α -Phase (a) und der Sättigungsmagnetisierung (b) an einer 180 nm dicken MnAs-Schicht. Beide Resultate zeigen, daß der magnetische und strukturelle Phasenübergang mit einer ausgeprägten Hysterese durchlaufen wird.

Diese Resultate zeigen das komplexe Wechselspiel zwischen Struktur und magnetischem Verhalten am Phasenübergang. Das Auftreten von Hystereseeffekten am Übergang α -MnAs \rightarrow β -MnAs hängt stark von der thermischen Vorgeschichte der Probe ab. An dieser Stelle wird der Einfluß der Wachstumsbedingungen besonders deutlich, insbesondere die Notwendigkeit einer exakten Kontrolle des Herstellungsprozesses.

★ ★ ★

7. Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Arbeit wurden das epitaktische Wachstum und die Eigenschaften von magnetischen MnAs-Schichten auf GaAs(001) systematisch untersucht.

Die genauen Kenntnisse und die Optimierung des MBE-Wachstumsprozesses nehmen eine Schlüsselrolle in der MnAs-Schichtherstellung ein. Der komplementäre Einsatz der beiden *in-situ*-Analytikmethoden RHEED und RDS während des Wachstums ermöglichte die Untersuchungen der Abhängigkeit der Keimbildung auf der GaAs(001)-Ausgangsoberfläche. Insbesondere wurde die As-Bedeckung des GaAs-Substrates variiert. Die zwei As-reichen Oberflächen, GaAs-(001)-c(4×4) bzw. -d(4×4) haben sich als günstigste Varianten bei einer Wachstumstemperatur von 250°C herausgestellt. As-reiche Templates begünstigen die Bildung von nur einer epitaktischen Orientierung:

$$\text{MnAs}(\bar{1}100) \parallel \text{GaAs}(001) \text{ und } \text{MnAs}[0001] \parallel \text{GaAs}[\bar{1}10].$$

Ähnliche Experimente auf der As-ärmeren (2×4)-Oberfläche bei 250°C zeigten, daß eine zweite Orientierung verstärkt auftritt. Diese epitaktische Orientierung ist um 90° in der Wachstumsebene verdreht. RHEED-Untersuchungen gaben erste Hinweise auf eine Verbesserung der Oberflächenmorphologie durch eine Temperung bei 400°C nach dem Wachstum. Diese Beobachtungen konnten durch AFM- und Magnetisierungsmessungen bestätigt werden. Eine genaue RHEED-Analyse während des MnAs($\bar{1}100$)-Wachstums ermöglichte die Erstellung eines Phasendiagramms der Oberflächenrekonstruktionen in Abhängigkeit von der Substrattemperatur und dem As₄/Mn-BEP-Verhältnis.

Detaillierte TEM-Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit gaben aufschlußreiche Informationen über die Struktur der MnAs-Schichten und die Grenzfläche GaAs/MnAs. Aufgrund der unterschiedlichen Eigenschaften bietet das System GaAs/MnAs ein sehr interessantes Untersuchungsobjekt, an dem allgemeine Fragestellungen der Heteroepitaxie studiert werden können. Die Grenzflächenuntersuchung durch TEM und HRTEM zeigte, daß der Abbau der anisotropen Gitterfehlpassung durch zwei unterschiedliche Mechanismen erfolgt. Entlang der MnAs[0001]-Richtung kann das epitaktische Wachstum durch das Koinzidenzgittermodell erklärt werden. Dadurch wird die Gitterfehlpassung von -29 % auf

-4.8% reduziert. Die Abweichung von der exakten Koinzidenz wird durch CSL-Versetzungen angepaßt, d. h. entlang der MnAs[0001]-Richtung liegt eine kommensurable Grenzfläche vor.

In der dazu senkrechten Richtung, MnAs[11 $\bar{2}$ 0], werden Bereiche mit perfekter Anpassung durch periodische Gitterfehlpassungsversetzungen separiert. Der in MnAs bei einer Temperatur von 43°C auftretende Phasenübergang verringert die Gitterfehlpassung entlang MnAs[11 $\bar{2}$ 0]. Diese Verringerung wird durch die 2%-ige Änderung der Gitterkonstante a hervorgerufen. Die geringere Gitterfehlpassung sollte einen größeren Abstand der Versetzungen zur Folge haben. Diese sind aufgrund der niedrigen Übergangstemperatur unbeweglich und bauen eine Druckspannung auf, welche durch SAD-Untersuchungen gefunden wurde.

Die magnetischen Eigenschaften der MnAs-Schichten wurden mittels SQUID-Magnetometrie auf makroskopischer Skala und mittels MFM auf mikroskopischer Skala untersucht. Die Achse der leichten Magnetisierung liegt in-plane parallel zu MnAs[11 $\bar{2}$ 0]. Entlang dieser Achse liegen die magnetischen Momente im Nullfeld. Die bei Raumtemperatur erhaltenen Hysteresekurven untermauern die hohe strukturelle Qualität der Schichten. Die gemessenen Werte der Sättigungsmagnetisierung liegen über den in der Literatur angegebenen Werten. Die thermische Behandlung nach dem MnAs-Wachstum verbessert nicht nur die Oberflächenmorphologie, wie durch AFM und RHEED gezeigt, sondern resultiert auch in geringere Koerzitivfeldstärken unter 10 mT. Besonders deutlich wird der Einfluß der Temperung anhand der Form der Hysteresekurven. Die rechteckige Kurve läßt auf eine homogene und fast eindomänige Probe schließen. Messungen der Hysteresekurven entlang der drei Hauptachsen [11 $\bar{2}$ 0], [0001] und [$\bar{1}$ 100] der MnAs-Schichten ermöglichten eine quantitative Anisotropiebestimmung. Aus diesem Resultat wurde die Energie bestimmt, die notwendig ist, um die magnetischen Momente aus der Richtung der leichten Magnetisierung herauszudrehen. Die out-of-plane Richtung ist energetisch günstiger als die Ausrichtung der Momente entlang der schweren Achse:

$$K_{\text{eff}}^{\text{out-of-plane}[\bar{1}100]} < K_{\text{eff}}^{\text{in-plane}[11\bar{2}0]}.$$

MFM-Messungen an epitaktischen MnAs-Schichten lieferten neue Erkenntnisse über die magnetische Struktur. Aus den unterschiedlichen Anisotropien wurden die Domänenwände als 180°-Bloch-Wände identifiziert. In der Mitte der Bloch-Wände stehen die magnetischen Momente senkrecht zur Oberfläche. Die erstmalige Abbildung der magnetischen Struktur von epitaktischen MnAs-Schichten als Funktion des angelegten magnetischen Feldes zeigt das Zusammenspiel zwischen magnetischer Struktur und Oberflächenmorphologie.

Die in MnAs auftretenden Phasen und Phasenumwandlungen, speziell der Übergang α -MnAs \rightarrow β -MnAs bei 43°C, wurden durch Röntgen- und Magneti-

sierungsmessungen analysiert. Das Auftreten der β -Phase unterhalb der Curie-Temperatur in einem ausgedehnten Temperaturbereich ist durch verbliebene Restspannungen in der MnAs-Schicht erklärbar. Strukturelle Untersuchungen zeigten den Einfluß der Schichtherstellungsbedingungen auf den Anteil der β -Phase. Durch Tempern nach dem Wachstum bzw. durch ein Wachstum bei höheren Temperaturen auf einer Nukleationsschicht wird der Anteil der β -Phase erheblich reduziert. Erste temperaturabhängige Experimente an epitaktischen MnAs-Schichten deuten auf ein kompliziertes Wechselspiel zwischen Struktur und Verhalten am Phasenübergang hin.

Ausblick

Die vorliegende Arbeit schließt den Komplex der Untersuchungen an MnAs-Schichten auf GaAs-Substraten nicht ab. Aufbauend auf den hier dargelegten Ergebnissen sind weitere Untersuchungen denkbar, die das Verständnis magnetischer MnAs-Schichten vertiefen:

- Eine erweiterte Untersuchung des $\alpha \rightarrow \beta$ -Phasenüberganges kann den im Ansatz festgestellten Einfluß der Schichtdicke auf das strukturelle Hystereseverhalten untermauern. Für diese Analysen ist es notwendig, den Temperaturbereich der Röntgenmessungen, z. B. durch den Einsatz eines Peltier-elementes, auf 0° bis 50°C zu erweitern. Durch weitere MFM-Messungen, welche die magnetische Mikrostruktur als Funktion der Temperatur abbilden, kann der $\alpha \rightarrow \beta$ -Phasenübergang ergänzend auf mikroskopischer Skala untersucht werden.
- Prinzipielle Anwendungen von MnAs oder ähnlichen Verbindungen können an mikrostrukturierten MnAs-Schichten, z. B. in Verbindung mit III-V-Bauelementen, studiert werden. Besondere Beachtung ist dabei der Herstellung und Untersuchung von GaAs(001)/MnAs($\bar{1}100$)/GaAs(001)-Heteroschichten zu widmen.
- Für das weitere Verständnis des magnetischen Verhaltens ist eine Untersuchung der magnetischen Anisotropie als Funktion der Schichtdicke nötig. Damit kann eine mögliche Abhängigkeit der effektiven Anisotropie von der Schichtdicke bestimmt werden, welche die Struktur der magnetischen Domänen beeinflusst.

Diese Aufzählung hat natürlich keinen Anspruch auf Vollständigkeit. Sicher ist aber, daß die Untersuchung von epitaktischen MnAs-Schichten noch viele Beiträge zu unterschiedlichen physikalischen Fragestellungen liefern wird.

★ ★ ★ ★

Literaturverzeichnis

- [1] M. N. BAIBICH, J. M. BROTO, A. FERT, F. N. V. DAU, F. PETROFF, G. C. P. EITENNE, A. FRIEDRICH UND J. CHAZELAS. *Phys. Rev. Lett.* **61**, 2472 (1988).
- [2] G. BINASCH, P. GRÜNBERG, F. SAURENBACH UND W. ZINN. *Phys. Rev. B* **39**, 4828 (1989).
- [3] P. GRÜNBERG, R. SCHREIBER, Y. PANG, M. B. BRODSKY UND H. SOWERS. *Phys. Rev. Lett.* **57**, 2442 (1986).
- [4] P. GRÜNBERG. *Phys. Bl.* **49**, 27 (1993).
- [5] A. FERT. *Mat. Sci. Engn.B* **31**, 1 (1995).
- [6] J. BARNAS, A. FUSS, R. E. CAMLEY, P. GRÜNBERG UND W. ZINN. *Phys. Rev. Lett. B* **42**, 8110 (1990).
- [7] J. M. DAUGHTON. *J. Mag. Magn. Mat.* **192**, 334 (1999).
- [8] IBM. <http://www.research.ibm.com/topics/serious/materials/> (2000).
- [9] S. S. P. PARKIN. *Annu. Rev. Mater. Sci.* **25**, 357 (1995).
- [10] S. S. P. PARKIN. *IBM J. Res. Develop.* **42**, 1 (1999).
- [11] G. A. PRINZ. *Science* **250**, 1092 (1990).
- [12] G. A. PRINZ. *Science* **282**, 1660 (1998).
- [13] S. MENGEL. *VDI-Technologiezentrum Zukünftige Technologien, Technologieanalyse Magnetismus, XMR-Technologien* **2**, 1 (1997).
- [14] S. TEHRANI, E. CHEN, M. DURLAM, M. DEHERRERA, J. M. SLAUGHTER, J. SHI UND G. KERSZYKOWSKI. *J. Appl. Phys.* **85**, 5822 (1999).
- [15] S. TEHRANI, J. M. SLAUGHTER, E. CHEN, M. DURLAM, J. SHI UND M. DEHERRERA. *IEEE Trans. Magn.* **35**, 2814 (1999).
- [16] H. KRÖMER. *Proc. IEEE* **Dec.**, 1782 (1963).
- [17] K. G. GÜNTHER. *Z. Naturforsch.* **13 A**, 1081 (1959).
- [18] J. J. R. ARTHUR. *J. Appl. Phys.* **39**, 4032 (1968).

- [19] A. Y. CHO. *J. Appl. Phys.* **7**, 2780 (1970).
- [20] C. T. FOXON UND B. A. JOYCE. *Surf. Sci.* **50**, 434 (1975).
- [21] C. T. FOXON UND B. A. JOYCE. *Surf. Sci.* **64**, 293 (1977).
- [22] K. PLOOG. *Angew. Chem.* **100**, 611 (1988).
- [23] F. CAPASSO. *Science* **235**, 172 (1987).
- [24] A. Y. CHO. *J. Cryst. Growth* **201/202**, 1 (1999).
- [25] I. SHIBASAKI. *J. Cryst. Growth* **175/176** (1997).
- [26] J. L. ROBERT, S. CONTRERAS, J. SICART, V. MOSSER UND F. KOBBI. *J. Cryst. Growth* **201/202**, 727 (1999).
- [27] D. DESIMONE UND C. E. C. WOOD. *Appl. Phys. Lett.* **53**, 4938 (1982).
- [28] H. OHNO, F. MATSUKURA, A. SHEN, Y. SUGAWARA, N. AKIBA UND T. KUROIWA. *Physica E 2* **1-4**, 904 (1998).
- [29] H. OHNO, A. SHEN, F. MATSUKURA, A. OIWA, E. ENDO, S. KATSUMOTO UND Y. IYE. *Appl. Phys. Lett.* **69**, 363 (1996).
- [30] A. V. ESCH, J. D. BOECK, R. B. L. VAN BOCKSTAL, F. HERLACH UND G. BORHS. *J. Phys. Conds. Matter* **9**, L361 (1997).
- [31] T. HAYASHI, M. TANAKA, T. NISHINAGA, H. SHIMADA, H. TSUCHIYA UND Y. OTUKA. *J. Cryst. Growth* **175/176**, 1063 (1997).
- [32] H. SHIMIZU, T. HAYASHI, T. NISHINAGA UND M. TANAKA. *Appl. Phys. Lett.* **74**, 398 (1999).
- [33] F. MATSUKURA, H. OHNO, A. SHEN UND Y. SUGAWARA. *Phys. Rev. B* **57**, R2037 (1998).
- [34] M. TANAKA. *Physica E* **2**, 372 (1998).
- [35] M. TANAKA. *Mat. Sci. Engn.B* **31**, 117 (1995).
- [36] N. MENYUK, J. A. KAFALAS, K. DWIGHT UND J. B. GOODENOUGH. *Phys. Rev.* **177**, 942 (1969).
- [37] R. H. WILSON UND J. S. KASPER. *Acta Cryst.* **17**, 95 (1964).
- [38] K. MAKI, T. KANEKO, H. HIROYOSHI UND K. KAMIGAKI. *J. Mag. Magn. Mat.* **177-181**, 1361 (1998).

- [39] H. OKAMOTO. *Bulletin of alloy phase diagrams* **10**, 549 (1989).
- [40] B. T. M. WILLIS UND H. P. ROOKSBY. *Proc. Phys. Soc. (London)* **56**, 290 (1954).
- [41] LANDOLT-BÖRNSTEIN. *New Series III* **27a**, 148.
- [42] R. F. C. FARROW. *IBM J. Res. Develop.* **42**, 43 (19).
- [43] M. TANAKA, J. P. HARBISON, T. SANDS, T. L. CHEEKS, V. G. KERAMIDAS UND G. M. ROTHBERG. *J. Vac. Sci. Technol. B* **12(2)**, 1091 (1994).
- [44] G. A. PRINZ. *Physics Today* **April**, 58 (1995).
- [45] M. TANAKA, K. SAITO UND T. NISHINAGA. *Appl. Phys. Lett.* **74**, 64 (1999).
- [46] H. AKINAGA, J. D. BOECK, S. M. G. BORGHS, A. ASMITSU, Y. T. W. VAN ROY UND L. H. KUO. *Appl. Phys. Lett.* **72**, 3368 (1998).
- [47] H. AKINAGA, S. MIYANISHI, M. TANAKA UND K. O. W. VAN ROY. *Appl. Phys. Lett.* **76**, 97 (2000).
- [48] P. J. WELLMANN, J. M. GARCIA, J.-L. FENG UND P. M. PETROFF. *Appl. Phys. Lett.* **71**, 2532 (1997).
- [49] P. J. WELLMANN, J. M. GARCIA, J.-L. FENG UND P. M. PETROFF. *Appl. Phys. Lett.* **73**, 3219 (1998).
- [50] P. RAVINDRAN, A. DELIN, P. JAMES, B. JOHANSSON, J. M. WILLS, R. AHUJA UND O. ERIKSSON. *Phys. Rev. B* **59**, 15680 (1999).
- [51] K. ONO, T. URAGAMI, M. MIZUGUCHI, H. FUKIKA, M. OSHIMA, M. TANAKA UND H. AKINAGA. *J. Cryst. Growth* **209**, 556 (2000).
- [52] A. J. SPRINGTHORPE, S. J. INGREY, B. EMMERSTORFER, P. MANDEVILLE UND W. T. MOORE. *Appl. Phys. Lett.* **50**, 77 (1986).
- [53] M. A. HERMAN UND H. SITTER. „Molecular Beam Epitaxy“. Springer-Verlag, Berlin Heidelberg New York (1996).
- [54] E. A. WOOD. *J. Appl. Phys.* **35**, 1306 (1964).
- [55] G. BAUER UND W. RICHTER. „Optical Characterization of Epitaxial Semiconductor Layers“. Springer-Verlag, ISBN 3-540-59129 (1996).
- [56] Z. SOBIESIERSKI, D. I. WESTWOOD UND C. C. MATTHAI. *J. Phys. Condens. Matter* **10**, 1 (1998).

- [57] „Semiconductor Characterization, Present Status and Future Needs“. AIP Press, Woodbury, N. Y. (1996).
- [58] I. KAMIYA, D. E. ASPNES, L. T. FLOREZ UND J. P. HARBISON. *Phys. Rev. B* **46**, 15849 (1992).
- [59] D. E. ASPNES, J. P. HARBISON, A. A. STUDNA UND L. T. FLOREZ. *Phys. Rev. Lett.* **59**, 1687 (1987).
- [60] D. E. ASPNES, J. P. HARBISON, A. A. STUDNA UND L. T. FLOREZ. *J. Vac. Sci. Technol. A* **6**, 1327 (1988).
- [61] L. DÄWERITZ UND K. PLOOG. *Semicond. Sci. Technol.* **9**, 123 (1994).
- [62] ASHCROFT UND MERMIN. „Solid State Physics“. Saunders College Publishing, Orlando Florida (1976).
- [63] L. MEI, W. H. LIU, K. HO, B. M. LAIRSON UND F. B. DUNNING. *J. Mag. Magn. Mat.* **187**, 268 (1998).
- [64] L. FOLKS UND R. C. WOODWARD. *J. Mag. Magn. Mat.* **190**, 28 (1998).
- [65] A. JANDER, P. DHAGAT, R. S. INDECK UND M. W. MULLER. *IEEE Trans. Magn.* **24** (1998).
- [66] S. PORTHUN, L. ABELMAN UND C. LODDER. *J. Mag. Magn. Mat.* **182**, 238 (1998).
- [67] U. HARTMANN. In „Vorlesungsmanuskripte 30. Ferienkurs des IFF“, Seiten B7.1–B7.30. IFF, Forschungszentrum Jülich (1999).
- [68] M. TANAKA, J. P. HARBISON UND G. M. ROTHBERG. *J. Cryst. Growth* **150**, 1132 (1995).
- [69] Y. MORISHITA, K. IIDA, A. TSUBOI, H. TANIGUCHI UND K. SATO. *J. Cryst. Growth* **187**, 228 (1998).
- [70] F. SCHIPPAN, M. KÄSTNER, L. DÄWERITZ UND K. H. PLOOG. *Appl. Phys. Lett.* **76**, 834 (2000).
- [71] J. J. HARRIS, B. A. JOYCE UND P. J. DOBSON. *Surf. Sci.* **103**, L90 (1981).
- [72] C. E. C. WOOD. *Surf. Sci.* **108**, L441 (1981).
- [73] J. M. V. HOVE, C. S. LENT, P. R. PUKITE UND P. I. COHEN. *J. Vac. Sci. Technol. B* **1**, 741 (1983).

- [74] *Powder Diffraction File, ICCD, Swartsmoor, Pennsylvania* **PDF 280644** (1994).
- [75] LANDOLT-BÖRNSTEIN. **New Series III 22a**, 88.
- [76] N. H. FLETCHER UND K. W. LODGE. „Epitaxial Growth, Part B“. Academic Press, New York San Francisco London (1975).
- [77] A. TRAMPERT. *private Mitteilung*.
- [78] N. D. MERNIM UND H. WAGNER. *Phys. Rev. Lett.* **17**, 1133 (1966).
- [79] R. ZORN. In „Vorlesungsmanuskripte 30. Ferienkurs des IFF“, Seiten A6.1–A6.21. IFF, Forschungszentrum Jülich (1999).
- [80] T. HERRMANN. „<http://dochoost.rz.hu-berlin.de/dissertationen/>“. Dissertation, Institut für Physik, Humboldt-Universität zu Berlin (1998).
- [81] A. HUBERT UND R. SCHÄFER. „Magnetic Domains“. Springer-Verlag, ISBN 3-540-64108-4 (1998).
- [82] C. KITTEL. „Introduction to Solid State Physics“. John Wiley (1976).
- [83] M. TANAKA, J. P. HARBISON, M. C. PARK, Y. S. PARK, T. SHIN UND G. M. ROTHBERG. *J. Appl. Phys.* **76**, 6278 (1994).
- [84] F. J. HIMPSEL, J. E. ORTEGA, G. J. MANKEY UND R. F. WILLIS. *Adv. Phys.* **47**, 511 (1998).
- [85] K. BÄRNER. *Phys. Lett. A* **35**, 333 (1971).
- [86] K. BÄRNER, J. W. SCHÜNEMANN, G. A. GOVOR UND U. SONDERMANN. *J. Mag. Magn. Mat.* **82**, 199 (1989).
- [87] V. M. KAGANER, B. JENICHEN, F. SCHIPPAN, W. BRAUN, L. DÄWERITZ UND K. H. PLOOG. *Phys. Rev. Lett.* , *accepted for publication*.

Danksagung

Mein herzlichster Dank gilt *allen Mitarbeitern* am Paul-Drude-Institut, die mich auf die eine oder andere Weise bei der Anfertigung dieser Arbeit unterstützt haben.

Besonders danke ich:

Prof. Dr. *Ploog* und Dr. *Däweritz* für die spannende Aufgabenstellung, die intensive fachliche Betreuung sowie für die Unterstützung bei der Bewältigung von administrativen Problemen während der Anfangszeit,

Achim *Trampert* für die vielen eindrucksvollen TEM-Aufnahmen der MnAs-Schichten, ohne die es Kapitel 4 in dieser Arbeit nicht gäbe, geduldiges Erklären und Zuhören,

Klaus *Neumann* und Prof. Dr. *Ziebeck* von der Loughborough University für Einführung in Magnetometrie und Magnetismus, die fachlichen Diskussionen während meiner Aufenthalte und die langjährige Zusammenarbeit,

Bryan *Dennis* für die zusätzlichen magnetischen Messungen und die Geduld beim Lehren einer typischen britischen Sportart,

meinen Eltern Heidemarie und Gerhard *Schippan* für die Unterstützung seit Studienbeginn und Doreen *Jager* für die undankbare Aufgabe des unermüdlichen Korrekturlesens,

der Rastersonden-Crew Rudi *Behme*, Daniel *Rapoport* und Jens *Schmidt* für das “Scanning-know-how” und erfolgreiche gemeinsame MFM-Messungen im Faradaykäfig,

Martin *Reiche*, Michael *Höricke*, Peter *Schützendübe*, Hans-Peter *Schönherr* und allen Technikern für MBE, Vakuum, Tricks und Kniffe,

Thomas, Falko, Jörg, Micha aus der *Werkstatt* für Heizplatten, schönste Aluminiumknöpfe, TD-150-Tuning und schwierige Schweißnähte,

Matthias *Wassermeier* und Carsten *Hucho* für *die* magische Tinte, Jazz und Schallplatten,

Martin *Kästner* für die Hilfe beim Sammeln der 600 Bilder,

Bernd *Jenichen*, Vladimir *Kaganer* und Wolfgang *Braun* für all das, was mit Röntgenstrahlen zu tun hat,

Oliver *Brandt*, Andreas *Thamm* und Patrick *Waltereit* für das GaN-Know-how, letztgenanntem für die eindrucksvolle Demonstration der Wirkung eines statischen Magnetfeldes auf bewegte Ladungsträger und

meinen internationalen Bürokollegen Georgios *Apostolopolus* und Solomon *Tibebu* für gute Nachbarschaft.

Lebenslauf

Frank Schippan
Proskauer Straße 10
10 247 BERLIN

Geburtsdatum: 23.05.1970
Geburtsort: Annahütte (Brandenburg)
Staatsangehörigkeit: Bundesrepublik Deutschland

Ausbildung

| | |
|---------------|---|
| 09/76 - 06/86 | Allgemeinbildende Schule |
| 09/86 - 02/89 | Berufsausbildung zum BMSR-Techniker |
| 09/90 - 06/92 | Abitur auf dem Abendgymnasium in Strausberg parallel zur vollen Berufstätigkeit |
| 10/92 - 07/96 | Physikstudium an der Humboldt-Universität zu Berlin Studienschwerpunkte: Mathematische Physik/Festkörperphysik |
| 07/96 - 09/97 | Auslandsstudium und Studienabschluß mit einem Master-Degree der Loughborough University (Großbritannien) <i>“Entwicklung, Planung und Aufbau einer Anlage zur kontaktlosen Widerstandsmessung”</i> , Gesamtnote: A mit 94% |
| 01/98 - 06/00 | Promotion am Paul-Drude-Institut für Festkörperelektronik: <i>“Materialintegration von Halbleitern mit magnetischen Werkstoffen”</i> mit magna cum laude |

Studienbegleitende Tätigkeiten

- | | |
|---------------|---|
| 10/93 - 09/95 | Tätigkeit als Studentische Hilfskraft/Tutor |
| 04/96 - 07/96 | Industriepraktikum bei der BASF AG, Ludwigshafen <i>“Thermische Untersuchung von Phasenübergängen”</i> |

Stipendien/Extracurriculare Aktivitäten

- | | |
|---------------|--|
| 04/96 - 07/98 | Stipendium der Friedrich-Naumann-Stiftung mit einer einjährigen Auslandsförderung |
| 04/99 - 05/99 | Auslandsstipendium des Deutschen Akademischen Austauschdienstes (DAAD) |

Berufstätigkeiten

- | | |
|---------------|--|
| 02/89 - 03/89 | Techniker bei der Deutschen Bundespost (Deutsche Telekom) |
| 04/89 - 02/90 | Grundwehrdienst |
| 03/90 - 09/91 | Techniker bei der Deutschen Telekom |
| 10/91 - 09/92 | Mitarbeiter im Fernmeldeamt Frankfurt (Oder), Strausberg Koordination der Leistungsvergabe für einige Ortsnetze |
| 07/00 - | Systemexperte bei Infineon Technologies AG, Dresden: Schwerpunkt: Elektrische Parameter |

Publikationen

F. Schippan, A. Trampert, L. Däweritz, K. H. Ploog, B. Dennis, K. U. Neumann, K. R. A. Ziebeck

Microstructure formation during MnAs growth on GaAs(001)

J. Cryst. Growth 200/201, 674 (1999)

F. Schippan, A. Trampert, L. Däweritz, K. H. Ploog

Kinetics of MnAs growth on GaAs(001) and interface structure

J. Vac. Sci. Technol. B 17, 1716 (1999)

F. Schippan, A. Trampert, G. Behme, L. Däweritz, K. H. Ploog, B. Dennis, K. U. Neumann, K. R. A. Ziebeck

Structural and magnetic properties of epitaxially grown MnAs on GaAs

Inst. Phys. Conf. Ser. 166, 79 (2000)

F. Schippan, M. Kästner, L. Däweritz, K. H. Ploog

Growth control of MnAs on GaAs(001) by reflection high-energy electron diffraction

Appl. Phys. Lett., 76, 834 (2000)

F. Schippan, G. Behme, L. Däweritz, K. H. Ploog

Magnetic structure of epitaxially grown MnAs on GaAs

J. Appl. Phys., accepted for publication (Sep. 2000)

A. Trampert, F. Schippan, L. Däweritz, K. H. Ploog

Anisotropic lattice mismatch accommodation in the epitaxial MnAs/GaAs-system

Inst. Phys. Conf. Ser. 164, 305 (1999)

L. Däweritz, Z. M. Wang, F. Schippan, A. Trampert, K. H. Ploog

In-situ control during molecular beam epitaxy: Impurity incorporation and dissimilar materials epitaxial growth

Mat. Sci. Engn. B, 75, 157 (2000)

M. Kästner, F. Schippan, P. Schützendübe, L. Däweritz, K. H. Ploog

Surface reconstructions of MnAs grown on GaAs(001)

Surf. Sci., accepted for publication (2000)

V. M. Kaganer, B. Jenichen, F. Schippan, W. Braun, L. Däweritz and K. H. Ploog

Strain-mediated phase coexistence in heteroepitaxial films

Phys. Rev. Lett. accepted for publication (2000)

Selbständigkeitserklärung

Hiermit erkläre ich, die vorliegende Arbeit selbständig und ohne unerlaubte Hilfe angefertigt zu haben.

Ich habe mich anderwärts nicht um einen Doktorgrad beworben und besitze einen entsprechenden Doktorgrad nicht.

Ich erkläre die Kenntnisnahme der dem Verfahren zugrunde liegenden Promotionsordnung der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät I der Humboldt-Universität zu Berlin.

Frank Schippan

26. Juni 2000